



Universidad
Carlos III de Madrid

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica

PROYECTO FIN DE CARRERA

MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE
ALUMINIO REFORZADOS CON CARBUROS.
ESTUDIO DE SU MICROESTRUCTURA Y
COMPORTAMIENTO TÉRMICO

Autor: César Fernández Achúcarro

Tutor: Elisa Ruiz Navas

Director: Javier Hidalgo García

Septiembre 2013

Título: Materiales compuestos de matriz de aluminio reforzado con carburos. Estudio de sus propiedades térmicas y microestructurales

Autor: César Fernández Achúcarro

Tutor: Elisa Ruiz Navas

Director: Javier Hidalgo García

EL TRIBUNAL

Presidente: _____.

Vocal: _____.

Secretario: _____.

Realizado el acto de defensa y lectura del Proyecto Fin de Carrera el día __ de _____ de 20__ en Leganés, en la Escuela Politécnica Superior de la Universidad Carlos III de Madrid, acuerda otorgarle la CALIFICACIÓN de

VOCAL

SECRETARIO

PRESIDENTE

RESUMEN

Debido a esta lucha, las variaciones, por ligeras que sean y cualquiera que sea la causa de que procedan, si son en algún grado provechosas a los individuos de una especie en sus relaciones infinitamente complejas con otros seres orgánicos y con sus condiciones físicas de vida, tenderán a la conservación de estos individuos y serán, en general, heredadas por la descendencia. La descendencia también tendrá así mayor probabilidad de sobrevivir; pues de los muchos individuos de una especie cualquiera que nacen periódicamente, sólo un pequeño número puede sobrevivir. [1]

Esta frase célebre pronunciada por Charles Darwin en el año 1859 en la que hace referencia a la lucha por la vida, o lo que él mismo denominó como Selección Natural, no es más que un preámbulo del camino que seguiría el ser humano hasta nuestros días: La evolución y el desarrollo.

Los materiales compuestos nacen gracias a este proceso de evolución y desarrollo debido a la necesidad del ser humano por encontrar nuevos materiales que, como bien dijo Darwin, sean en algún grado provechosos a los individuos de una especie. En este caso provechoso tanto en cuanto mejora las propiedades físicas y mecánicas del material final y amplía el abanico de posibilidades haciéndolos muy interesantes de estudiar.

En este proyecto se ha llevado a cabo un estudio, de los materiales compuestos de matriz metálica, más concretamente de matriz de aluminio (MCA en adelante) pertenecientes a la serie 2xxx equivalente a la 2014 obtenida por aleación mecánica. El refuerzo utilizado son los carburos TaC, TiC, Mo₂C, VC y NbC homogeneizado en la matriz mediante técnicas de mezclado manual, mezclado en molino de bolas y molienda de alta energía. También se han estudiado los materiales fabricados por

mezcla elemental de todos los constituyentes de la matriz con el refuerzo, de una sola vez, mediante aleación mecánica. Las probetas sobre las que se han realizado los diferentes experimentos se obtuvieron mediante un proceso pulvimetalúrgico de compactación y posterior extrusión en caliente.

ÍNDICE

1. OBJETIVOS.....	8
2. ANTECEDENTES.....	9
2.1. El Aluminio y sus propiedades.....	11
2.2. Materiales compuestos.....	13
2.3. Clasificación de los materiales compuestos.....	15
2.3.1. Compuestos de matriz alumínica con refuerzo discontinuo de partículas	
2.3.2. Compuestos de matriz alumínica reforzado con micro-fibras y whiskers	
2.3.3. Compuestos de matriz alumínica reforzado con fibras continuas	
2.3.4. Compuestos de matriz alumínica reforzado con mono-fibras	
2.4. Aplicaciones de los MMC.....	23
3. PROCESO EXPERIMENTAL.....	24
3.1. Materiales de partida.....	24
3.1.1. Obtención del polvo.....	24
3.1.2. Mezcla del polvo.....	25
3.1.2.1. Primera etapa: Mezclado Manual.....	26
3.1.2.2. Cuarta etapa: Aleación mecánica.....	26
3.1.3. Consolidación del material final.....	27
3.1.3.1. Recocido.....	29
3.1.3.2. Lubricación.....	30
3.1.3.3. Extrusión.....	30
3.2. Caracterización de muestras.....	33
3.2.1. Corte Abrasivo.....	33
3.2.2. Embutición.....	34
3.2.3. Desbaste.....	34
3.2.4. Pulido.....	36
3.3. Caracterización microestructural.....	37
3.3.1. Microscopio óptico	38
3.3.2. Microscopio óptico electrónico de barrido.....	40
3.4. Caracterización térmica.....	42
3.4.1. Análisis Termogravimétrico (TGA).....	43
3.4.2. Calorimetría diferencial por barrido (DSC).....	44
3.5. Caracterización de los diagramas de fases.....	45
3.6. Dureza.....	46
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	47
4.1. Introducción.....	47

4.2. Aleación base 2014.....	48
a) Microscopía óptica	
b) SEM	
c) Diagrama de fases y STA	
d) Dureza	
4.3. 2014 + NbC.....	53
a) Microscopía óptica	
b) SEM	
c) Diagrama de fases y STA	
d) Dureza	
4.4. 2014 + VC.....	60
a) Microscopía óptica	
b) SEM	
c) Diagrama de fases y STA	
d) Dureza	
4.5. 2014 + TiC.....	66
a) Microscopía óptica	
b) SEM	
c) Diagrama de fases y STA	
d) Dureza	
4.6. 2014 + TaC.....	71
a) Microscopía óptica	
b) SEM	
c) Diagrama de fases y STA	
d) Dureza	
4.7. 2014 + MoC.....	78
a) Microscopía óptica	
b) SEM	
c) Diagrama de fases y STA	
d) Dureza	
5. CONCLUSIONES.....	85
6. BIBLIOGRAFÍA.....	88

1. OBJETIVOS

El objetivo de este proyecto fin de carrera es estudiar las propiedades microestructurales, la dureza y el comportamiento frente a elevadas temperaturas de materiales compuestos obtenidos mediante compactación y extrusión a partir de la aleación base 2014 reforzados con un 5% en peso de carburos de Tántalo, Titanio, Molibdeno, Vanadio y Niobio. La mezcla de estos materiales se ha llevado a cabo en dos fases. En una primera fase el mezclado se realizó manualmente y en una segunda fase dicho mezclado fue gracias a la utilización de un molino de alta energía o Attritor.

2. ANTECEDENTES

Aunque actualmente los materiales compuestos han sufrido un gran desarrollo por el crecimiento de la industria y por la necesidad de buscar materiales con propiedades a medida, los materiales compuestos de matriz metálica se encontraban ya en las antiguas civilizaciones.

Por ejemplo en el año 7.000 A.C. aproximadamente, se encontraron unas leznas (Instrumento que usan los zapateros para agujerear, coser y pespuntar. Ver Figura 1) en Cayou –Turquía– fabricadas mediante un proceso de laminación y forja sucesiva que daba lugar a la creación de un gran número de inclusiones no metálicas alargadas en el material.



Figura 1: lezna usada para coser.

Sin embargo, el concepto actual que tenemos de un material compuesto surgió más recientemente con el desarrollo de los materiales compuestos de matriz polimérica durante los años 1920 y 1930 cuando tuvieron una gran importancia los materiales plásticos. Fue durante los años 50 y 60 cuando, como respuesta a la necesidad de crear materiales más ligeros y resistentes para la industria aeroespacial, la del transporte, la de la construcción civil y la de la energía se comenzó a investigar otros tipos de matrices como son las metálicas. En un principio se buscaba impedir el

movimiento de las dislocaciones gracias a la adición en la matriz de una segunda fase de muy pequeño tamaño, por lo que se desarrolló la tecnología de endurecimiento por dispersión.

En los años 60, debido al gran interés que suscitaron los materiales compuestos reforzados con fibras resistentes en matrices de cobre y aluminio, se investigó el sistema de refuerzo continuo Al-B dando lugar al primer MCA en utilizarse en una lanzadera espacial estadounidense (*Space Shuttle*). Esta estación espacial estaba formada por 243 tubos de sección circular realizados de dicho compuesto Al-B con lo que se conseguía una reducción del peso de un 44% respecto al modelo original que estaba fabricado de elementos extruidos de aluminio. A pesar de conseguir ventajas tan significativas como éstas, en los años 70 el interés por este tipo de materiales compuestos de refuerzos continuos decae, debido a su alto coste de fabricación.

Fue en ese momento, a finales de los 60, cuando se descubre otro tipo de refuerzo: el refuerzo discontinuo. Durante el desarrollo de estos materiales, después de numerosos estudios, se llega a la conclusión de que pueden competir en cuanto a propiedades con los de fibras largas. El inconveniente residía en que la fabricación de dichas fibras cortas conocidas como *whiskers*, normalmente de SiC, eran muy costosa, hasta que se diseñó un proceso de fabricación capaz de obtener estos *whiskers* de carburo de silicio mediante la pirolisis de la cáscara de arroz, haciendo posible su fabricación a escala industrial lo que dio un fuerte impulso a la investigación de estos compuestos.

Ya en los años 80, debido al desarrollo aeroespacial, la necesidad de buscar materiales más resistentes y del mínimo peso posible dio lugar a que, tanto los gobiernos como la industria, evolucionaran hacia los compuestos de matriz de aluminio con refuerzos de SiC. A mitad de la década y tras muchas investigaciones y estudios, se consiguió superar las propiedades de los materiales primitivos utilizados en este sector. Más tarde se empezaría a comercializar, siendo hoy en día una opción muy interesante en industrias como la automovilística, la naval, en el mundo de la competición o hasta incluso los artículos de lujo, dando lugar a una nueva generación de materiales.

Los MCAs hacen referencia a un tipo de materiales de muy bajo peso obtenidos mediante procesos complejos de fabricación. El refuerzo de este tipo de materiales pueden ser de tipo fibras continuas, fibras discontinuas, partículas ó filamentos muy finos en fracciones de volumen que varían desde valores muy pequeños hasta valores de un 70% de refuerzo en la matriz. Las propiedades de los MCA pueden ser modificadas para suplir la demanda de las diferentes industrias en las que este tipo de materiales tienen aplicación gracias a diferentes combinaciones de matrices, refuerzos y procesos de obtención dando lugar a un gran número de combinaciones y por lo tanto un amplio abanico de propiedades finales. Tres décadas de intensivos estudios han proporcionado un gran conocimiento científico sobre los efectos tanto intrínsecos como extrínsecos de los diferentes tipos de refuerzo dando lugar a diferentes propiedades mecánicas, termo-mecánicas y tribológicas de los MCA.[2]

2.1. El aluminio y sus propiedades

Una de las muchas razones del éxito del aluminio es que es un material fácil de reciclar. De hecho es un de los materiales más rentables tras su reciclado y ello conlleva unos beneficios tanto económicos como medioambientales. Si a ello se le suma que es el elemento metálico del grupo de los metales no férreos más abundante de la corteza terrestre, se puede entender su elevado uso en la industria y en la vida cotidiana.

El aluminio no se halla en estado puro, sino formando parte de otros compuestos y minerales.

La masa atómica del aluminio es de 26,9815 uma, su número atómico es 13 y se encuentra en el grupo 13 de la tabla periódica. Es un metal ligero, cuya densidad es de 2700 kg/m^3 a 20°C , esto es aproximadamente la tercera parte de la del acero [3], lo que lo hace muy interesante cuando se busca la reducción de peso en los componentes finales. Es ideal para piezas obtenidas por colada debido a que tiene un punto de fusión relativamente bajo (660°C) y un punto de ebullición alto (2519°C) pero su uso no es recomendable en lugares con peligro de incendio. Además es un buen

reflector tanto de la luz como del calor e impide la absorción de la mayor parte de la radiación solar incidente. Es el segundo mejor conductor de la electricidad después del cobre, lo que lo hace a su vez un material muy adecuado para la industria eléctrica [4]. Es un material impermeable al agua y a los olores.

El aluminio se oxida fácilmente debido a su elevado estado de oxidación. En contacto con el aire se forma una fina capa superficial de óxido de aluminio (alúmina Al_2O_3), de color gris mate, impermeable y adherente, que detiene el proceso de oxidación, lo que proporciona resistencia a la corrosión y durabilidad.

La estructura cristalina del aluminio es cúbica centrada en las caras (CCC) [5] como el de la figura 2:

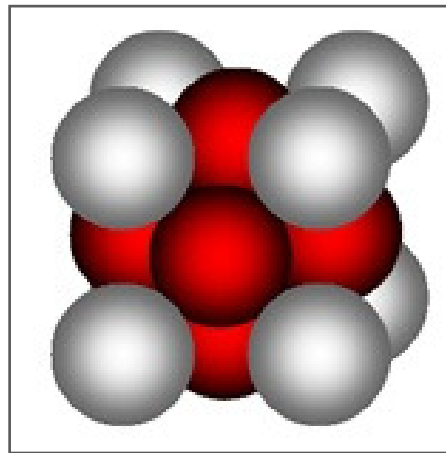


Figura 2: Celda unidad tipo cúbica centrada en las caras (CCC)

El aluminio es blando (escala de Mohs 2-3) y con baja resistencia a la tracción, su máxima resistencia a tracción es de 200 N/mm^2 en estado puro y 1600 N/mm^2 en estado aleado. Al ser un material muy dúctil y maleable es muy fácil de conformar por ello puede fabricarse en casi cualquier forma. También es un material soldable. Cabe diferenciar que el aluminio colado no es tan resistente como el aluminio forjado. El bajo módulo elástico de 70 GPa , la tercera parte que el del acero, y el alargamiento oscila entre el 5 y el 35%.

El Aluminio es un material que forma aleaciones con otros metales para mejorar las propiedades mecánicas, al combinarlo con dichos metales puede dar lugar

a infinidad de aleaciones, algunas de ellas con propiedades mecánicas comparables a las del acero pero con la tercera parte de densidad. Destacan las aleaciones con Cu, Mg, Mn, Si y Zn. El cobre le confiere al aluminio resistencia mecánica, dureza y facilita su mecanizado. El magnesio mejora la ductilidad y la resistencia del aluminio. El manganeso eleva su dureza y su resistencia. El silicio sirve para rebajar el punto de fusión y mejora la colabilidad del mismo. El zinc refuerza su dureza y su resistencia. [6]

Símbolo	Al
Número atómico	13
Valencia	3
Número de protones/electrones	13
Número de neutrones (Isótopo 27-Al)	14
Estado de oxidación	+3
Electronegatividad	1,61
Radio covalente (Å)	1,18
Radio iónico (Å)	0,50
Radio atómico (Å)	1,43
Configuración electrónica	[Ne]3s²3p¹
Primer potencial de ionización (eV)	6,00
Estructura cristalina	Cúbica centrada en las caras
Masa atómica (g/mol)	26,9815
Densidad (g/ml)	2,70
Punto de ebullición (°C)	2519
Punto de fusión (°C)	660

Tabla 1: Resumen de algunas propiedades del Aluminio [37]

2.2. Materiales compuestos

Antes de comenzar un trabajo especializado en materiales compuestos se debe entender qué se considera por material compuesto. Según su definición, que se puede encontrar en infinidad de publicaciones científicas, un material compuesto es aquel que hace referencia a un sistema cuya composición consta de un constituyente discreto llamado refuerzo, distribuido en una fase continua llamada matriz. Pero existe

un requisito más para ser considerado material compuesto y es que las propiedades finales deben ser mejores y diferentes de sus dos constituyentes por separado.

Los materiales compuestos se clasifican normalmente por la composición química de la matriz, ejemplos tales como matrices poliméricas, metálicas o cerámicas son algunos de los que se puede encontrar hoy en día. La elección de esta matriz es un aspecto muy importante a la hora de diseñar un componente ya que propiedades como la ductilidad y la tenacidad o la resistencia a la corrosión están muy relacionadas a dicha elección y a los posteriores tratamientos térmicos a los que se someta el material. Las matrices mas empleadas comúnmente son las de aleaciones de la serie 2xxx por su excelente combinación de propiedades y las de la serie 6xxx por su facilidad de procesamiento y su elevada resistencia a la corrosión en ambientes severos [7, 8, 9].

Este proyecto está referido a los compuestos de matriz metálica, más concretamente de matriz de aluminio. La matriz empleada ha sido la aleación de la serie 2xxx equivalente a la 2014 obtenida por métodos convencionales, esta aleación está constituida por polvo de aluminio de alta pureza y polvos elementales de Cu, Si y Mg en los porcentajes que a continuación se indican en la Tabla 2.

Elemento	Cu	Mg	Si	Al
% en peso	4,4	0,5	0,7	bal

Tabla 2: Composición de la aleación 2014 utilizada como matriz para este estudio

Las ventajas que presentan los MCA respecto a los demás materiales es la razón principal de éste estudio ya que la industria de hoy en día está en una constante búsqueda de materiales más resistentes, de menor peso y de un menor coste de fabricación. Entre estas ventajas que se pueden conseguir enumeramos las siguientes:

- Mayor resistencia
- Mayor rigidez
- Reducción de la densidad y por lo tanto de su peso
- Mejora de las propiedades a elevadas temperaturas

- Coeficiente de expansión térmica controlado
- Mejora de las propiedades eléctricas a medida
- Mejora de sus capacidades

Éstas ventajas se pueden cuantificar para apreciarlas mejor. Por ejemplo, el módulo elástico del aluminio puro se puede aumentar de los 70 GPa a los 240 GPa reforzando la matriz con un 60vol% de fibras continuas de aluminio.

Los MCAs ofrecen una mejor combinación de propiedades hasta tal punto que hoy en día no existe material que le pueda hacer frente en ese aspecto. A lo largo de los años, los MCAs han sido utilizados en aplicaciones estructurales o funcionales en diferentes sectores ingenieriles forzando dicha utilización para conseguir una mejora de las propiedades, un costo más bajo y un mayor respeto al medio ambiente. Debido a que estos materiales son más ligeros, y dado que actualmente se está viviendo una política generalizada de preservar el medio ambiente contaminando lo menos posible, han tenido una gran importancia para la industria automovilística. Los materiales compuestos de matriz de aluminio tratan de sustituir otros como a las mismas aleaciones de aluminio, aleaciones de titanio, o polímeros compuestos en numerosas aplicaciones.

Muchos éxitos recientes en la industria comercial y militar son debidos en parte a estos cambios innovadores en el diseño de los componentes. La falta de conocimiento acerca de sus utilidades y posibilidades ha impedido el gran desarrollo de estos materiales. Es por ello que la comunidad Europea en colaboración con los Estados Unidos están persiguiendo trabajar en conjunto para mejorar las aplicaciones de los MCAs en cualquier uso social. [10]

2.3. Clasificación de los materiales compuestos

Existen numerosas formas de obtención de estos materiales, en concreto el proceso pulvimetalúrgico presenta varias ventajas frente a métodos convencionales de fabricación como son las técnicas de deformación o el moldeo ya que es muy

importante controlar las dimensiones de las piezas con una mínima pérdida de material. El proceso de obtención de las muestras de este proyecto ha sido el pulvimetalúrgico que consiste en la mezcla de los polvos constituyentes de la matriz y del refuerzo sobre el cual se profundizará más adelante, seguido de un proceso de consolidación pudiendo mejorar las propiedades mecánicas si la etapa de homogeneización y mezcla se lleva a cabo por técnicas de molienda de alta energía o se consolida mediante de extrusión. Este tipo de técnica ha sido validada para la fabricación de estos materiales [11, 12, 13] ya que proporciona materiales finales de una calidad muy elevada debido a la correcta distribución del refuerzo y la ausencia de porosidad.

Una manera de clasificar los materiales compuestos, como se ha indicado anteriormente, es según la composición química de su matriz. Los más comunes suelen ser los de matriz metálica (MMCs) debido en parte a la gran diversidad de escalas y microestructuras que se puede encontrar gracias a la mezcla distintos materiales diferentes. En general, están constituidos por una matriz metálica continua y el refuerzo que puede ser un material cerámico (alúmina, carburo de Silicio) o bien metales refractarios (por ejemplo el Wolframio). Este refuerzo puede llegar a alcanzar entre un 10 y un 70% de la cantidad final de material.

En el caso de materiales compuestos de refuerzo discontinuo, cabe destacar que gozan de una alta ductilidad que les proporciona la matriz; ello hace que se trate de materiales con una alta tenacidad a su vez. Por su parte el refuerzo ayuda a aumentar el módulo elástico del material, e incluso a mejorar el comportamiento a fricción. Este tipo de refuerzo ofrece una menor mejora en las propiedades que las micro-fibras, pero tiene la ventaja de que con él, pueden diseñarse MMCs con un comportamiento tanto isotrópico como anisotrópico y, además, son mucho más baratos y versátiles.

De todos los materiales compuestos de matriz metálica existentes en el mercado, los que se basan en matrices de aluminio han sido, hasta nuestros días, los que mayor interés han despertado entre los investigadores. Esto se debe a la combinación de su elevada resistencia a la corrosión, baja densidad (tabla 3), buenas

propiedades mecánicas (tabla 4) y bajo coste de fabricación que poseen las aleaciones de aluminio. La temperatura de fusión del aluminio es suficientemente alta para satisfacer los requerimientos de la mayoría de las aplicaciones sin que el proceso de fabricación se vea encarecido. Además, el aluminio es capaz de acomodar a un gran número de refuerzos cerámicos o metálicos, aunque los más utilizados en la fabricación de MMCs son SiC y Al_2O_3 .

Aleación y T.T.		ρ (Kg/m ³)	T_f (K)	CTE ($\mu\text{E/K}$)	C.T. (W/mK)
Al	(1100)	27	933	23,6	230
Al-Cu	2014 (T6)				
	2124 (T6)	28	915	23,6	190
Al-Mg-Si	6061	27	925	23,6	180
Al-Zn	7075	28	925	22,0	130
Al-Li	8090	25,5	930		
ρ : Densidad, T_f = Temp. de fusión, CTE = Coef. De expansión térmica (α), C.T. = Conductividad térmica					

Tabla 3: Propiedades físicas de algunas aleaciones de aluminio [33]

En general las aleaciones de forja de las series 2XXX, 6XXX y 7XXX son las mas utilizadas en general para la fabricación de materiales compuestos. Además de algunas aleaciones de aluminio-litio como la 8090 y otras aleaciones de moldeo Al-Si.

Aleación y T.T.		$\sigma_{0,2}$ (MNm ⁻²)	σ_{rotura} (MNm ⁻²)	%e	E (GPa)	γ
Al	(1100)		170		70	0,33
Al-Cu	2014 (T6)	475	524	13	73	0,33
	2124 (T6)	325	470	12	73	0,33
Al-Mg-Si	6061 (T6)	275	380	20	70	0,33
Al-Zn	7075 (T6)	505	570	10	72	0,33
Al-Li	8090 (T6)	415	485	7	80	0,33
σ_r = Carga de rotura, E = Modulo de Young, γ = Modulo de Poisson						

Tabla 4: Propiedades mecánicas de algunas aleaciones de aluminio [33]

Una de las propiedades características de las matrices de aleación de aluminio es que son esencialmente homogéneas pudiendo presentar una estructura de grano fino una vez deformadas y recrystalizadas. Por ello puede conseguirse un material final homogéneo siempre y cuando el refuerzo esté bien distribuido. Las limitaciones de anisotropía no existen debido a que la estructura cristalográfica del aluminio es cúbica

centrada en las caras y estas limitaciones sólo aparecen en metales de microestructura hexagonal compacta como magnesio, titanio y berilio. Entre las aleaciones antes citadas, las de la serie 2000 (Al-Cu) como la de este estudio, se consideran de alta resistencia debido a que son endurecibles por precipitación y se pueden mejorar sus propiedades, combinando el envejecimiento con la deformación en frío. La presencia de cobre en estas aleaciones reduce su resistencia a la corrosión.

Las aleaciones de la serie 6000 (Al-Mg-Si) poseen una resistencia media, ofreciendo unas ventajas adicionales como son: la buena soldabilidad del material, su elevada resistencia a la corrosión llegando a ser inmunes al agrietamiento por corrosión bajo tensión. Dentro de esta familia de aleaciones, cabe destacar un grupo cuya composición se caracteriza por poseer unas cantidades de Mg y Si, que cumplen la relación $Mg:Si=1,73:1$, la cual se corresponde a la estequiometría para formar la fase Mg_2Si ; caracterizándose, además, porque la suma $Mg+Si$ supera el 1.4% en peso. Dentro de este grupo, la más empleada es la 6061 (Al-1Mg-0.6Si) a la cual se le añade 0.25% en Cu para mejorar sus propiedades mecánicas y 0.2% Cr para contrarrestar la reducción de resistencia a la corrosión por la adición de Cu. Los MMC de esta aleación poseen una resistencia intermedia, una buena resistencia a la corrosión y una soldabilidad aceptable desde el punto de vista del comportamiento metalúrgico de la matriz.

Las aleaciones Al-Zn-Mg son consideradas de alta-media resistencia; un ejemplo es la 7005 que, debido a sus buenas propiedades, es de las más empleadas. Se trata de una aleación soldable (al no contener Cu), con contenido medio en Mg inferior a 1.5% en peso. Posee una resistencia y dureza intermedia, puede extruirse y no es sensible al temple. Además puede soldarse sin necesidad de completar el tratamiento de recocido. Estos materiales son sensibles a agrietamientos por corrosión bajo tensión. Esta sensibilidad es de la misma magnitud que la de la matriz sin reforzar y posiblemente función de la composición química de la matriz. La corrosión está relacionada con la proporción de Mg-Zn, así como con el contenido total de estos dos elementos en la aleación. También afectan los parámetros de extrusión y el tratamiento térmico a los que se puede someter la pieza durante el postprocesado, que hacen variar el tamaño de grano y la segregación local.

Otra de las clasificaciones más usuales que suele hacerse con los materiales compuestos es la siguiente:

- a) Refuerzo de partículas
- b) Refuerzo de fibras cortas
- c) Refuerzo de fibras continuas
- d) Refuerzo de mono-fibras

2.3.1 Compuestos de matriz de aluminio con refuerzo discontinuo de partículas.(PAMCs)

Este tipo de compuestos contienen generalmente refuerzos cerámicos equiaxiales (mismo tamaño en todas las direcciones). Los refuerzos cerámicos suelen ser óxidos ó carburos tales como el Al_2O_3 ó SiC y presentan una fracción de volumen menor del 30% cuando se utilizan para usos estructurales donde prime la resistencia del material. En aplicaciones eléctricas esta fracción puede ser mayor, alcanzando valores del 70% en algunos casos. En general, los PAMCs se obtienen tanto mediante procesos en estado sólido como procesos en estado líquido. Además el coste de fabricación de estos materiales es menor comparado con los reforzados de manera continua. Las propiedades mecánicas de los PAMCs son peores comparados con los MCAs reforzados con whiskers, fibras cortas o fibras continuas, pero mucho mejores si se comparan con las aleaciones de aluminio sin refuerzo alguno. Estos compuestos son isotrópicos a temperatura ambiente pero se puede realizar una gran variedad de operaciones para conformar estas piezas como es la extrusión, la forja, el laminado, etc. La figura 3 muestra la microestructura de un material compuesto de matriz de aluminio colado con un alto contenido en refuerzo de SiC (40%vol)

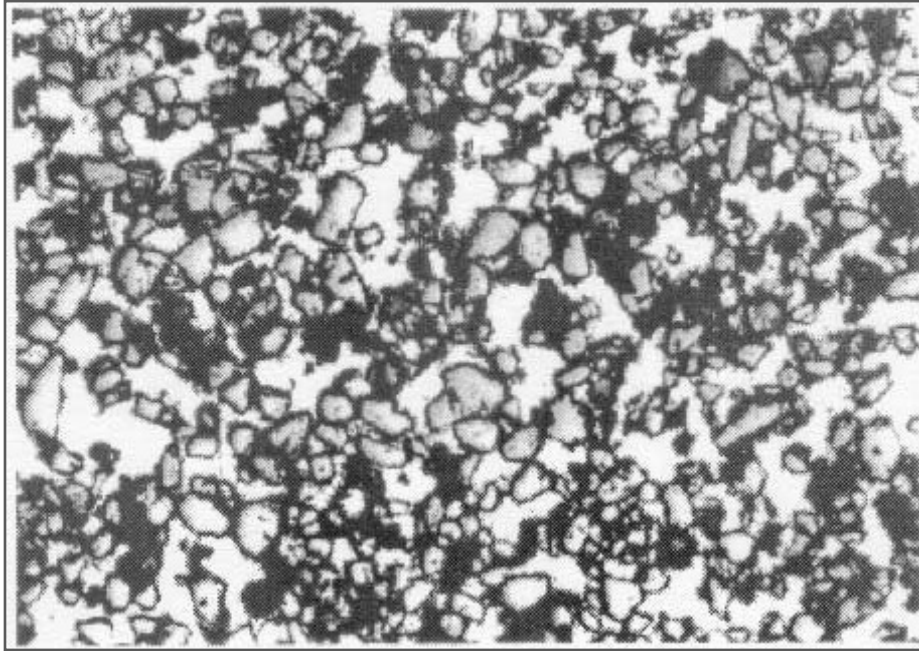


Figura 3: Microestructura de un material compuesto de aluminio reforzado con partículas

2.3.2 Compuestos de matriz de aluminio reforzado con micro-fibras y *whiskers*. (SFAMCs)

Los compuestos reforzados con micro-fibras o “fibrillas” fueron uno de los primeros MCAs en desarrollarse y, por lo tanto, uno de los más conocidos. Se comenzaron a utilizar en piezas de motores de combustión tales como los pistones. La figura 4 muestra como es la microestructura de un MCA reforzado con fibras cortas. Los compuestos reforzados con *whiskers* (fibras cortas y extremadamente finas) se obtienen a través del mismo proceso de obtención que los de fibras cortas, aunque las propiedades mecánicas de los reforzados con *whiskers* son mejores si se comparan con los de refuerzo discontinuo ó partículas (PAMCs). A pesar de esto, los *whiskers* no han sido desarrollados en exceso ya que se ha detectado que pueden ser nocivos para la salud, de ahí que su comercialización se haya demorado tanto tiempo a pesar de sus buenas propiedades mecánicas [14].

En la práctica estos son los materiales compuestos más conocidos por sus altas prestaciones mecánicas y el alto valor añadido del material final. La fase dispersa consta de fibras formando una microestructura muy anisotrópica, hilos o cilindros de

2-10 μm de diámetro y 1 mm aproximadamente de longitud. Por tanto, tienen una longitud tres órdenes de magnitud mayor que el diámetro. Mientras que el módulo de elasticidad no cambia con el tamaño del material, solo depende de la naturaleza de las fuerzas que unen los átomos, la resistencia mecánica si cambia con la forma de la muestra. Probetas de menor tamaño (más estrechas) presentan resistencias comparativamente más altas. La explicación se debe a que disminuye la probabilidad de encontrar defectos en la escala macro-microscópica que son los principales responsables de que aparezcan grietas ó fracturas. Esto fue demostrado en 1920 por Griffith [15] al ensayar con barras de vidrio de diámetro progresivamente inferior. Por esto, desde el punto de vista de las propiedades mecánicas son aconsejables las fibras de menor diámetro posible. Sin embargo, por razones de coste y de seguridad se limita a 1 μm de diámetro porque fibras menores (con longitudes también menores) son más caras y se pueden liberar en el mecanizado de las piezas originando partículas fibrosas en suspensión (como los asbestos) que pueden causar problemas de salud. Las propiedades mecánicas son generalmente anisotrópicas y varían mucho según el grado de ordenamiento de las fibras en el interior del material: ordenadas uniaxialmente, parcialmente ordenadas y desordenadas.

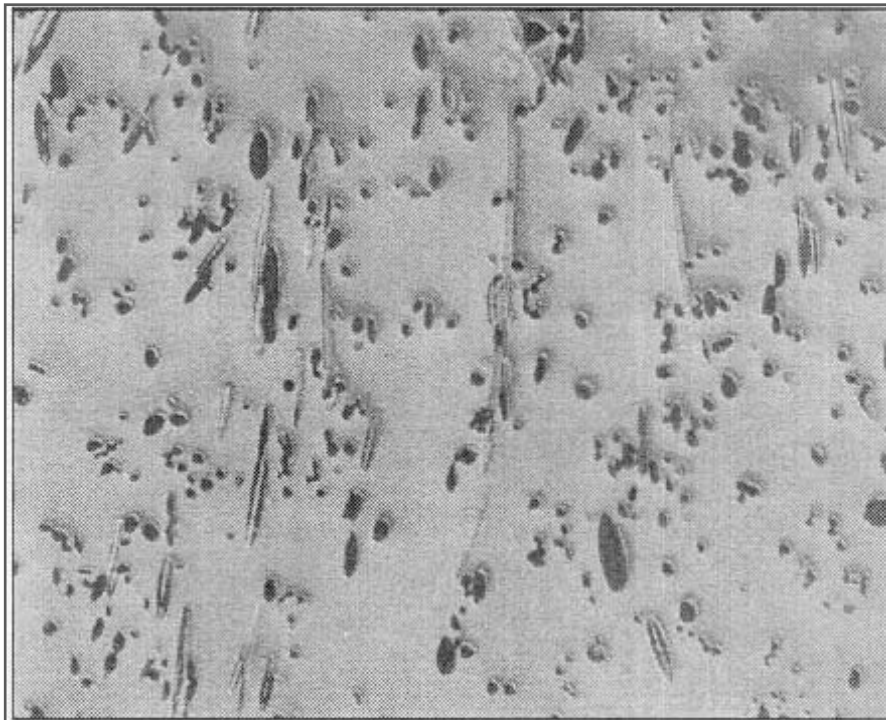


Figura 4: Microestructura de un material compuesto de aluminio reforzado con micro-fibras

2.2.3 Compuestos de matriz de aluminio reforzado con fibras continuas.(CFAMCs)

En este caso el material que actúa como refuerzo son unas fibras largas, continuas, normalmente de alúmina, carburo de silicio o carbono, que poseen una estructura cilíndrica con diámetros inferiores a 20 μm . Estas fibras pueden ser cuerpos aislados o haber estado tratados anteriormente, consiguiendo un aspecto de trenzado entre varias.

La fabricación de estos materiales suele ir acompañada de un profundo estudio de apilamiento y resistencia. Esto se debe a que la orientación de las propias fibras empieza a ser un factor decisivo en cuanto a la resistencia del material. Dependiendo de qué tipo de cargas sufrirá la probeta, la orientación de las fibras será una u otra ya que en una determinada dirección puede que tenga mayor dureza pero menor ductilidad, y así poder optimizar al máximo las propiedades del material.

Su proceso de fabricación suele ser el de la colada del metal líquido en la preforma donde se encuentran las fibras de refuerzo previamente introducidas.

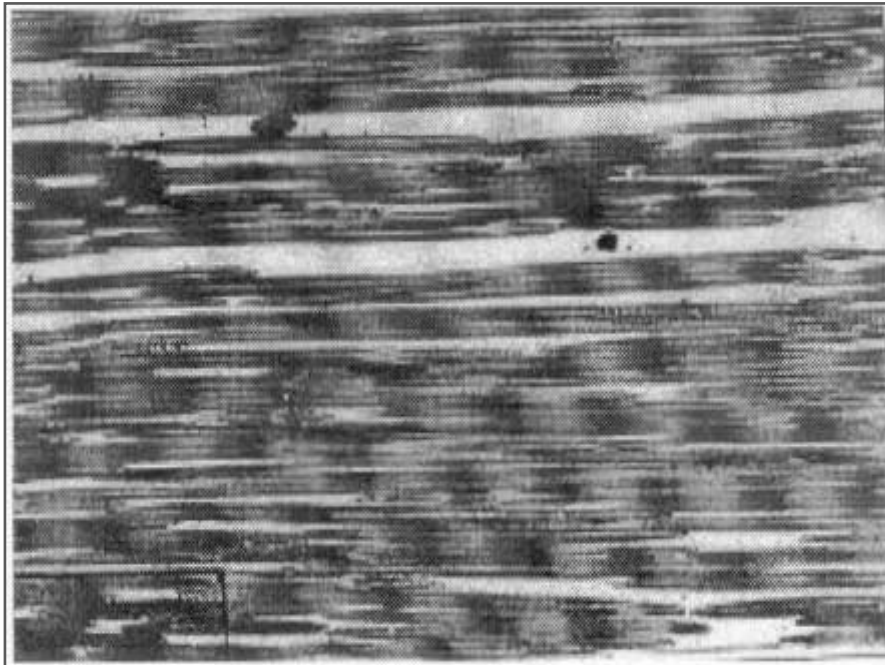


Figura 5: Microestructura de un material compuesto de aluminio reforzado con fibras continuas.

2.3.4 Compuestos de matriz de aluminio reforzado con mono-fibras. (MFAMCs).

En este caso las partículas de refuerzo son cilíndricas, al igual que en el caso de refuerzo por fibras continuas, pero su diámetro es notablemente mayor, entre 100 y 150 μm . La ductilidad de estas piezas es menor que las formadas mediante refuerzos de fibras continuas. En CFAMCs y MFAMCs, el refuerzo es el componente principal que soporta la carga, y el papel de la matriz de aluminio es el de unir el refuerzo y proporcionar una transferencia y distribución de carga homogénea. Estos compuestos presentan direccionalidad es decir, en la dirección perpendicular a la fibra el material posee muy baja resistencia, característica que comparte con los CFAMCs.

2.4. Aplicaciones de los MMC.

Los compuestos de matriz metálica (MMCs) encuentran especial aplicación en la industria aeroespacial, del automóvil, y de componentes para la ingeniería. Ello es debido, fundamentalmente, a su excelente combinación de propiedades de manera que se conjuga una alta resistencia específica junto a una elevada resistencia al desgaste, mayor rigidez, buena estabilidad térmica así como una alta conductividad térmica [16].

A lo largo de estos últimos años se ha prestado una atención particular a la síntesis y caracterización de los materiales compuestos de matriz de aluminio (AMCs), debido fundamentalmente al bajo peso de estas aleaciones y a su mayor facilidad de procesado. En concreto, las investigaciones se han centrado en los AMCs reforzados con partículas ya que además ofrecen prácticamente propiedades isotrópicas en comparación con los AMCs reforzados con fibras [17].

3. PROCESO EXPERIMENTAL

3.1. Materiales de partida

Las probetas sobre las que se han llevado a cabo los experimentos, como ya se ha mencionado con anterioridad, han sido obtenidas mediante la compactación del polvo y su posterior extrusión en caliente como técnica de consolidación. Este proyecto no trata de estudiar los métodos de obtención de las muestras, pero sí de su caracterización. Por ello se debe conocer en qué consisten estas técnicas para poder determinar en tanto en cuánto son capaces de modificar las propiedades finales del material compuesto.

3.1.1. Obtención del polvo

En primer lugar se ha fabricado la aleación base, o matriz, mediante el proceso de aleación mecánica. Para ello se empleó un molino de alta energía o attritor (Figura 6). Una de las grandes ventajas a priori, de la aleación mecánica, radica en el aumento del porcentaje en refuerzos, eliminando problemas de segregación y formación de aglomerados normalmente asociados a procesos más convencionales. Sin duda, la posibilidad de realizar este proceso en estado sólido permite eliminar las limitaciones que pueden generar los distintos puntos de fusión de los materiales constituyentes de la aleación dando lugar, de esta manera, a la creación de aleaciones con componentes y contenidos, muy lejos de su estado de equilibrio.

El molino de alta energía o attritor empleado permite realizar la molienda en una atmósfera controlada. Son muchos los trabajos realizados anteriormente con este tipo de materiales y se ha llegado a la conclusión que la mejor atmósfera para trabajar con aleaciones de aluminio es el argón debido a su elevada pureza [18, 19, 20, 21] por ello fue el gas utilizado.



Figura 6: Attritor o molino de alta energía.

Una vez homogeneizada la mezcla de polvo durante 15 minutos se introduce la mezcla de la aleación base, con la composición que se muestra en la Tabla 2, en el molino de alta energía con las siguientes condiciones de proceso:

Tiempo: 10 horas

Velocidad: 700 rpm

Ratio Bolas/Carga (en peso): 20 : 1

Atmósfera: Argón

PCA: 1.5%

3.1.2. Mezcla del polvo

La obtención del material compuesto se ha realizado añadiendo un 5% en volumen de los diferentes carburos que forman parte de este estudio y mostrados en la Tabla 2. A la hora de la fabricación del compuesto se realizaron 4 etapas distintas que se diferencian en el método de obtención de la mezcla final. En este proyecto se estudia la etapa 1 y 4 que se corresponden a la obtención mediante mezclado manual y mediante aleación mecánica.

Carburo	Fabricante	Densidad	Granulometria	
NbC	Goodfellow	7,6 g/cm ³	< 45 µm	100%
VC	Treibacher	5,8 g/cm ³	< 2 µm	100%
TiC	Goodfellow	4,9 g/cm ³	< 5 µm	100%
Mo ₂ C	Treibacher	8,9 g/cm ³	< 2,3 µm	100%
TaC	Goodfellow	13,9 g/cm ³	< 45 µm	100%

Tabla 5: Principales características de los carburos empleados.

3.1.2.1. Primera etapa: Mezclado manual

En esta primera etapa se llevó a cabo el mezclado del polvo de la aleación base como matriz y el 5%vol de cada uno de los carburos indicados en la Tabla 2 como refuerzo. Dicha mezcla se realizó manualmente durante un periodo de tiempo de 30 minutos comprobando la homogeneidad de la mezcla mediante una lupa binocular.

El objetivo que se ha perseguido realizando este proceso de mezclado manual ha sido el de conseguir una homogeneidad de la mezcla sin modificar las características de los polvos empleados, evitando de esta forma dar origen a etapas intermedias o enlaces que pudieran modificar las propiedades finales del compuesto.

3.1.2.2. Cuarta etapa: Aleación mecánica.

La investigación de nuevos métodos de obtención de materiales compuestos, como ya se ha indicado anteriormente, nace de la necesidad de crear mejores propiedades finales teniendo en cuenta las características de la matriz, del refuerzo, o de las uniones que se pueden originar entre matriz y refuerzo durante el proceso de homogeneización y mezcla [22, 23, 24].

En esta cuarta etapa la homogeneización del material ha consistido en la mezcla a partir de los polvos elementales constituyentes de la aleación base y los distintos carburos respectivamente. Con ello se buscó una mejora en la unión y en la distribución dándose lugar a la formación de un polvo compuesto constituido por la matriz y el refuerzo desde el primer momento de su fabricación. De esta forma se eliminan los posibles aglomerados de partículas de refuerzo que puedan dar lugar posteriormente a grietas en el material final y, debido a la elevada energía de

molienda que interviene en el proceso, se minimizan las probabilidades de fallo al producirse la fractura de posibles refuerzos particulares que pudieran aparecer[25, 26].

Al igual que en la fabricación de la aleación base, en una mezcla con molino de alta energía existen numerosos parámetros que pueden modificar la estructura final del material. En este caso se mantuvieron los valores que se utilizaron para la obtención de la matriz con un ratio Bolas/Carga 20/1 (en peso) y una velocidad de 700 r.p.m. El tiempo de molienda es una variable más crítica ya que en la obtención de dicha matriz o aleación base se trataba un sistema dúctil-dúctil ya que las partículas que la conforman poseen aproximadamente la misma dureza. El problema viene al incluir en la mezcla los carburos de refuerzo que, lógicamente, son mucho más frágiles que las partículas de la aleación base, dando lugar a un sistema dúctil-frágil que modificará el proceso de la aleación mecánica. Por ello se decidió utilizar diferentes tiempos de molienda para comprobar cómo puede afectar este valor en la microestructura y el comportamiento del compuesto final. Estos tiempos fueron de 5,7 y 10 horas de molienda denominándose para su posterior identificación las etapas A,B y C respectivamente. Los carburos empleados como refuerzo son: NbC, VC y TiC.

3.1.3. Consolidación del material final

Para conseguir la forma cilíndrica del material final se siguió un proceso común para todas las etapas. En concreto es un proceso normalmente utilizado en las técnicas de pulvimetalurgia y que consta de 4 pasos mostrados en la Figura 7:

- Recocido
- Compactación
- Lubricación
- Extrusión

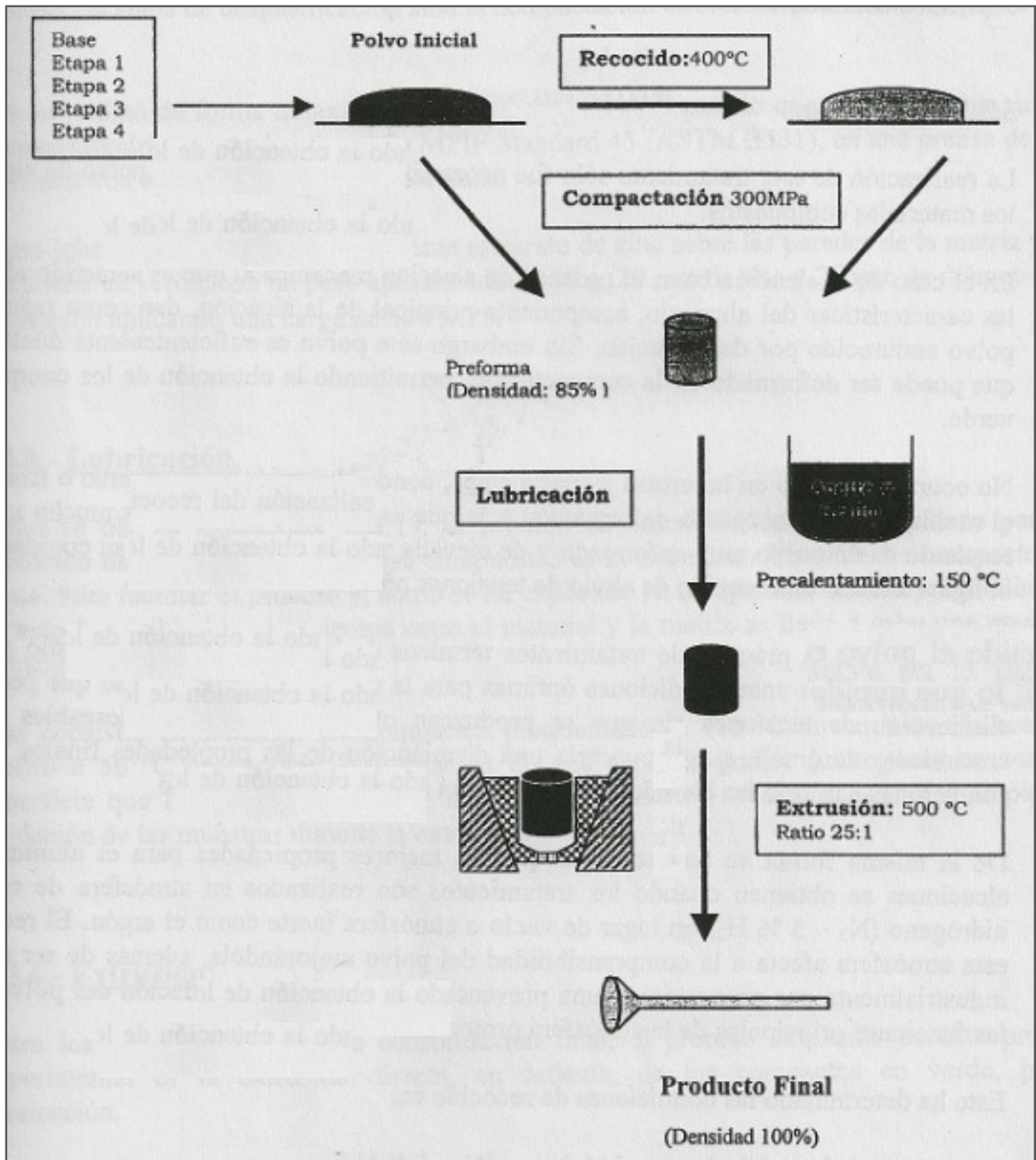


Figura 7: Proceso de consolidación del material final

3.1.3.1. Recocido:

El recocido sirve para incrementar la ductilidad y la conformabilidad de un material, reduciendo así su dureza y, por ende, la resistencia mecánica. El recocido a su vez sirve para aliviar tensiones residuales en una pieza final para obtener una mayor maquinabilidad y estabilidad dimensional. El proceso de recocido está formado por los siguientes pasos [27]:

1. El calentamiento en un horno de la pieza de trabajo a una temperatura específica
2. Mantenimiento a dicha temperatura durante un periodo de tiempo.
3. Enfriamiento al aire.

Cabe destacar que no fue estrictamente necesario en todos los materiales. La aleación base, al tratarse de un polvo endurecido por deformación pero ser lo suficientemente dúctil como para obtenerse su compactación en verde, no se vio sometida a este tratamiento. Por el contrario, con la adición de los carburos debido a sus propiedades de elevada dureza y acritud hacen que sea necesario este recocido para aliviar las tensiones que pudieran existir.

Para la elaboración de un recocido en las condiciones óptimas se debe ir a la norma ASTM B 597-86 sobre los tratamientos térmicos de las aleaciones de aluminio. Ésta establece las directrices óptimas para el recocido para no producir fenómenos indeseables tales como el crecimiento de grano que pudiera dar lugar a un empeoramiento de las propiedades finales [28].

También, gracias a estudios previos realizados, se ha llegado a la conclusión de que para obtener las mejores propiedades de una aleación de aluminio los tratamientos deben llevarse a cabo en una atmósfera de Nitrógeno-Hidrógeno (N₂ - 5% H₂) en lugar de vacío o atmósfera inerte como el Argón. Además esta atmósfera mejora la comprensibilidad del polvo y lo más importante, previene su oxidación [29, 30].

Las condiciones en las que se llevó a cabo el recocido fueron:

- **Atmósfera:** Nitrógeno – hidrógeno (N_2 – 5% H_2)
- **Temperatura:** 400°C
- **Tiempo:** 30 minutos

3.1.3.2. Lubricación:

Para la obtención del material final se llevo a cabo un proceso de extrusión directa de los compactos en verde. Para eliminar cualquier tipo de concentración de tensiones en esta extrusión debido al rozamiento entre el material y la matriz fue necesario someter a cada uno de los compactos a un proceso de lubricación. Éste consistió en sumergir las muestras precalentadas a 150°C en un baño de aceite y grafito a 50°C asegurando una protección de grafito homogénea en toda la superficie. Además este recubrimiento impide la oxidación de las muestras durante la extrusión [31].

3.1.3.3. Extrusión:

Existen dos tipos básicos de extrusión como se muestra en la Figura 8: la extrusión directa y la extrusión indirecta:

- **Directa:** El material es empujado por un extremo gracias a un émbolo o pistón y obligado a salir por el extremo contrario a través de la hilera correspondiente.
- **Indirecta:** El material fluye en sentido opuesto al que sigue el émbolo al avanzar.

El más común de estos procesos es el directo. El principio de la extrusión directa es colocar la preforma dentro de un contenedor y forzarlo a pasar a través de la matriz por la fuerza ejercida por un actuador hidráulico. En este caso la dirección del flujo de metal coincide con la dirección de movimiento del actuador [32].

Durante el proceso el material sufre un rozamiento con las paredes del contenedor. El resultado es una fuerza de fricción que incrementa la presión necesaria para realizar el proceso de extrusión.

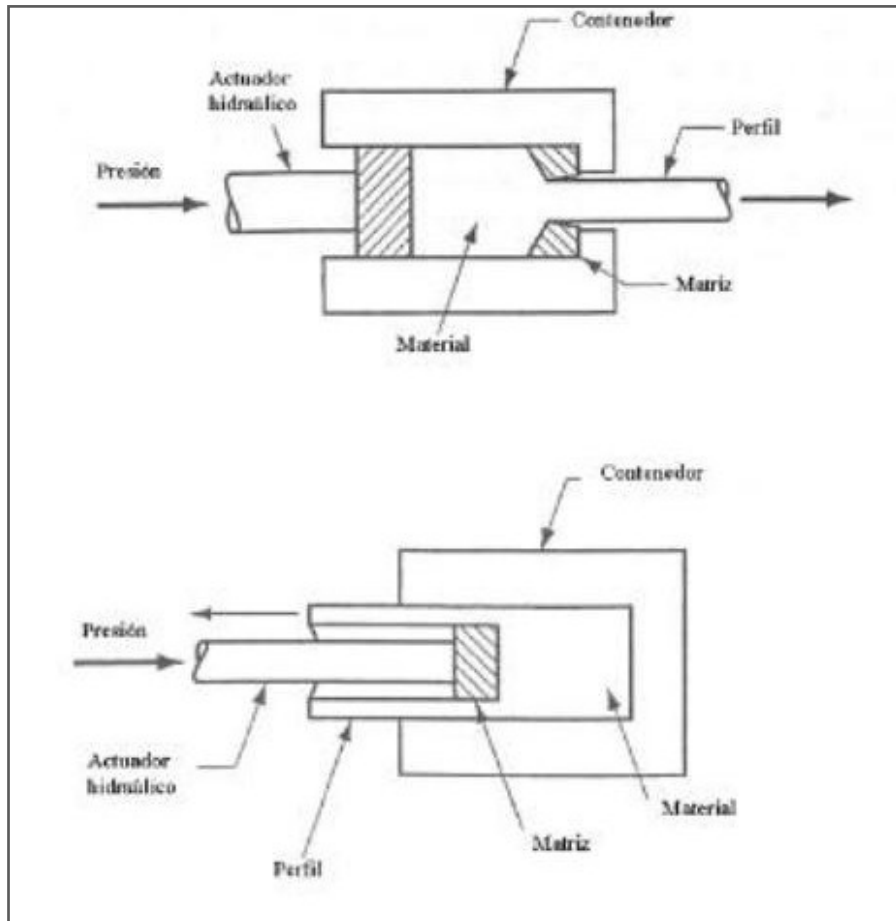


Figura 8: Distintos procedimientos de extrusión. Arriba se muestra la extrusión directa, abajo la indirecta

En este caso se ha utilizado la extrusión directa en caliente de los compactos en verde. Para ello los compactos se calentaron en un horno de mufla como el de la figura 9, a una temperatura de 500°C durante un tiempo de 30 minutos para conseguir la máxima homogeneidad posible.

La extrusión en caliente involucra el calentamiento previo del material a una temperatura por encima de su temperatura de cristalización. Esto reduce la resistencia y aumenta la ductilidad del metal, permitiendo mayores reducciones de tamaño y el logro de formas más complejas con este proceso. Las ventajas adicionales incluyen

reducción de la fuerza en el pistón, mayor velocidad del mismo y reducción de las características del flujo de grano en el producto final [33].

Durante el proceso de extrusión existen numerosos factores que influyen en la estructura final del material y sus propiedades. La temperatura a la que debe realizarse la extrusión depende de la aleación empleada, sin embargo el ratio más comúnmente utilizado en la extrusión es 20:1 [34] ya que este ratio o similares permiten eliminar prácticamente la porosidad [35].

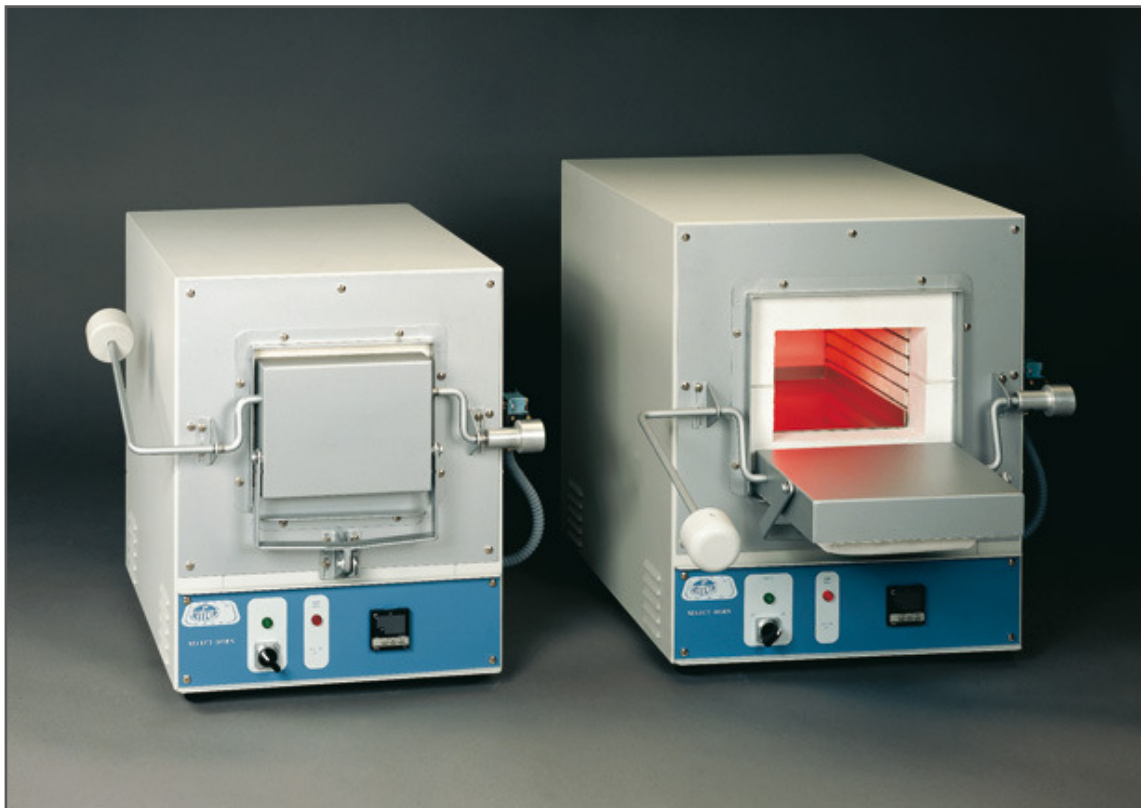


Figura 9: Horno de mufla utilizado para calentar las preformas

Las condiciones bajo las que se llevó en este caso la extrusión fueron una temperatura de 500°C, una velocidad de extrusión de 0.5 mm/s y un ratio de 25:1 [36] obteniéndose probetas cilíndricas de 5 mm de diámetro y 25 cm de longitud. Todas estas condiciones dan lugar a un proceso de extrusión muy cuidado permitiendo conseguir en todos los casos densidades del 99,8-100% de la teórica.

3.2. Caracterización de las muestras

Los materiales de partida sobre los que se ha trabajado, después de la extrusión anteriormente explicada, presentaban forma cilíndrica de 5 milímetros de diámetro.

El proceso seguido ha sido un proceso sencillo y necesario para poder someter todas las muestras a los diferentes experimentos realizados: En primer lugar se llevo a cabo una operación de corte abrasivo de material mediante un disco de polvo de diamante para obtener muestras más pequeñas y manejables, obteniendo de cada cilindro de la muestras para su caracterización microestructural y térmica, así como para la medida de la dureza

Los experimentos previos llevados a cabo para la preparación de las muestras se describen detalladamente a continuación.

3.2.1. Corte abrasivo:

Este tipo de corte es uno de los más utilizados en la industria metalúrgica. Esto en gran parte se debe a la excelente terminación que posee la sección una vez se ha realizado el corte mediante disco abrasivo, que puede ser de polvo de diamante como en nuestro caso.

Es importante prestar atención a las distintas variables de corte. Una velocidad de giro del disco demasiado elevada, o un avance del utillaje excesivo pueden producir un sobrecalentamiento de la probeta que podría alterar la microestructura. Por ello se han seleccionado los valores mínimos que permiten el corte del material, los cuales son:

- Velocidad de giro: 5.000 r.p.m.
- Velocidad de avance: 6 mm / min.

El equipo utilizado cuenta con dosificador de taladrina para refrigerar la pieza y lubricarla evitando de la misma forma un sobrecalentamiento y una posible alteración de la microestructura del material final en la zona de corte.

3.2.2. Embutición:

Cuando se trabaja con muestras pequeñas es conveniente embutirlas en una sola pieza para facilitar su devastado, pulido y mejorar así su manejabilidad a la hora de inspeccionarlas al microscopio. El material que se utilizó para la embutición fue una resina conductora, ver figura 10, donde se pueden observar con claridad los distintos materiales embutidos en ella.

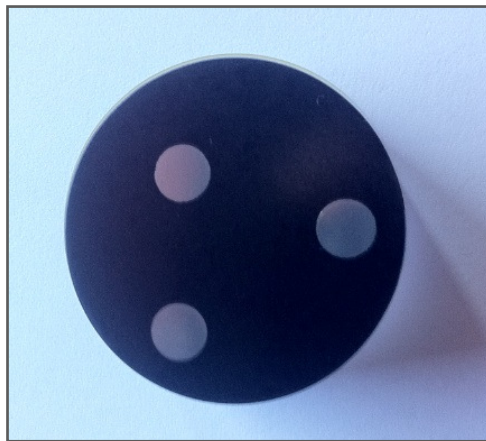


Figura 10: sección de las piezas una vez embutidas.

La temperatura a la que se debe llevar a cabo dicho proceso bajo ninguna circunstancia debe afectar a la estructura del mismo material y por ello no se deben superar los valores de temperatura de fusión en sus tratamientos térmicos del material a estudiar, eliminando así la posibilidad de alterar la microestructura de cualquiera de las muestras.

3.2.3. Desbaste:

El desbaste es la operación siguiente al corte y al montaje de la probeta y se llevó a cabo en una desbastadora de plato rotativo con papeles abrasivos de diferentes grados, colocados sobre dichos discos giratorios. La principal finalidad del desbastado es eliminar las posibles capas de óxido que puedan aparecer sobre la superficie de las muestras y las imperfecciones para facilitar el trabajo posterior de pulido, necesario

para su observación. Esta superficie debe quedar lo suficientemente plana y libre de rugosidades como para poder revelar de forma adecuada la estructura mediante LOM.

Para la realización de esta operación se van colocando de forma sucesiva papeles abrasivos con diferentes tamaños de grano, cada vez más finos. Al pasar de un abrasivo a otro, debe girarse la probeta 90 grados y desbastar hasta que se borren por completo las huellas del abrasivo anterior, teniendo siempre el cuidado de lavar la probeta con agua abundante para eliminar posibles partículas provenientes del propio desbaste que dañarían la muestra. Además, es conveniente ayudarse de un aporte de agua continuo durante el proceso de desbaste con objeto refrigerar y barrer de la superficie las partículas de material tanto de la muestra como del abrasivo. Esta secuencia de desbastado permite la obtención de unos acabados superficiales de gran calidad. En concreto la secuencia utilizada de papeles abrasivos utilizados en orden decreciente de tamaño de grano, ha sido la siguiente: 180, 320, 400 y 1000 (ver figura 11). El material de estos abrasivos ha sido SiC para los tamaños de 180, 320 y 400 y diamante sintético para el de 1000, por ello se podrían encontrar trazas de este material en la microestructura debido al desprendimiento y la incrustación en la matriz de la aleación.

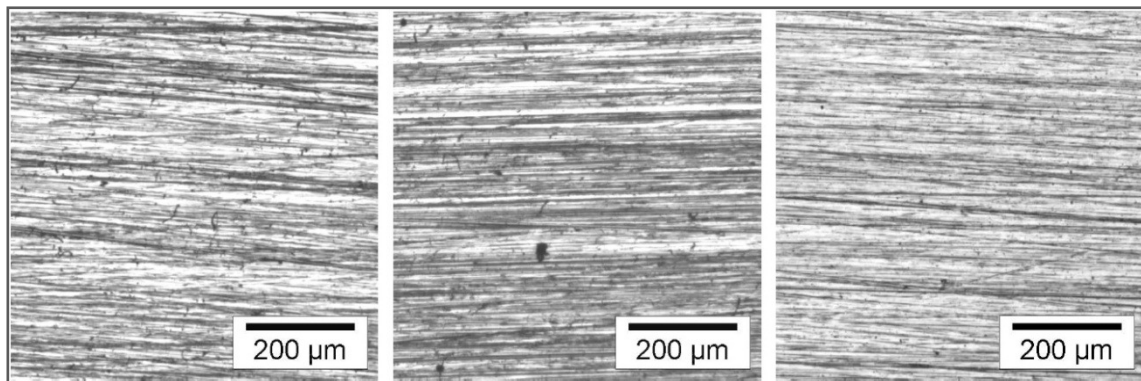


Figura 11: Detalle de la secuencia de devastado con papeles abrasivos de diferentes tamaños de grano.[37]

Se debe tener especial cuidado en la presión que se ejerce sobre la probeta durante esta fase. Una presión excesiva sobre el papel abrasivo puede causar rayas profundas y difíciles de eliminar posteriormente, además se provoca una distorsión intensa sobre el metal de la superficie, alterando el aspecto de la estructura.

3.2.4. Pulido

Una vez obtenida una superficie plana y semipulida, mediante el empleo de papeles de esmeril de finura de grano decreciente se debe concluir el proceso con un pulido fino sobre discos provistos de paños. La finalidad de esta operación es la obtención de una superficie limpia y uniforme, eliminando las rayas finas producidas en la última operación del desbaste (ver figura 12) para poder observar adecuadamente su microestructura.

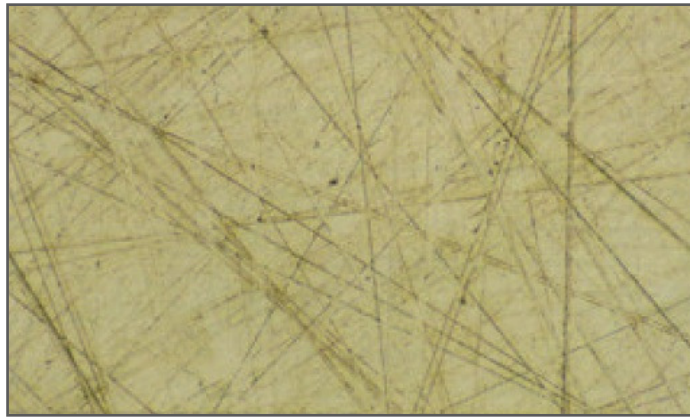


Figura12: Detalle de un material sin pulir después del proceso de desbaste.[37]

Uno de los factores más importantes que influyen sobre la calidad final del pulido de probetas es el cuidado con que se las maneja en todas las fases de su preparación. Trabajar con limpieza es de vital importancia para evitar la aparición de rayas finas indeseadas en la superficie de la muestra ya que una partícula del abrasivo o de una materia extraña puede inutilizar una probeta. Además el éxito del pulido y el tiempo empleado en la operación, depende en gran parte del cuidado con que se haya realizado el desbaste. Si una probeta tiene rayas profundas que no se han eliminado en las últimas operaciones de desbaste, no podrán ser eliminadas durante el pulido con pérdida de tiempo y trabajo.

El aluminio es un material dúctil y por ello su pulido conlleva una dificultad elevada ya que suelen aparecer rayas profundas al ser arañado por las partículas duras. Además se trata de un material de fácil oxidación que forma un compuesto duro

llamado alúmina u óxido de aluminio, que puede ser desprendido durante el propio desbaste y pulido.

La realización del pulido se llevó a cabo apoyando la cara desbastada de la probeta sobre el paño embebido con una suspensión acuosa de abrasivo de alúmina de 1 μm fijado a un disco que gira a 500 r.p.m. accionado por un motor. Después de este proceso se realizó la misma operación con alúmina de 0.3 μm . También es común el uso de óxido de cromo, óxido de hierro, óxido de magnesio, o para materiales muy duros una suspensión de polvo de diamante en aceite mineral.

3.3. Caracterización Microestructural

A través del microscopio óptico se han obtenido imágenes de todas las muestras a distintos aumentos. La secuencia que se ha seguido ha sido siempre la misma; se han tomado imágenes a 10x, 20x, 40x, 100x y finalmente 150x. Con esta información se va a caracterizar visualmente los distintos materiales. Es muy importante identificar el tipo de distribución del refuerzo sobre la matriz, el tamaño de los carburos, su forma, etc. para poder entender su comportamiento.

A su vez se va a realizar el estudio de la microestructura por SEM. El SEM (Scanning Electron Microscope) utiliza un haz de electrones en vez de un haz de luz para formar la imagen. Gracias a ello se puede ver de manera muy sencilla la distribución de los carburos, el tamaño de los mismos, y la microestructura de cada material. También es posible observar algún estado de oxidación que pueda deberse al corte o al desbastado realizado en el proceso de caracterización de las muestras.

Como ya se ha explicado previamente, tenemos materiales distintos los cuales han sido obtenidos por extrusión en caliente a 500°C. Esa extrusión en caliente parte de polvos de aleación base obtenidos por aleación mecánica y refuerzo mezclados a mano (0h) correspondientes a la fase 1, en este caso durante 5,7 y 10 horas (fase 4A, 4B y 4C respectivamente). Al alear mecánicamente, cuanto más tiempo de molienda menor será el tamaño de partícula, mejor será la distribución de los carburos en la

matriz, y más pequeños serán los dominios cristalinos que pueden tender a amorfizarse debido a la creación, cada vez mayor, de defectos de dislocación entre otros. Pero también los carburos se van a partir, a hacer más pequeños y a distribuirse más homogéneamente en el material compuesto creado durante la extrusión. En la mezcla manual los carburos tendrán más probabilidad de distribuirse de manera heterogénea.

El movimiento de dislocaciones es la base de la explicación científica de la deformación plástica. En ella se diferencian dos tipos de deformación: la deformación elástica del material, la cual él mismo es capaz de recuperar y volver a su estado inicial, y la deformación plástica la cual no es capaz de recuperar el material. Cuanto más deformamos plásticamente más dislocaciones se crean que irán entorpeciendo el movimiento de otras dislocaciones y por lo tanto el material se endurecerá. Los polvos con más tiempo de molienda, los de la fase 4C, van a ser los más duros, los que tengan más dislocaciones y en principio, los que mejor tengan los carburos distribuidos y los que sean más pequeños. Todo esto se debería ver reflejado en todos los ensayos que se han realizado.

3.3.1. Microscopio óptico [38]

A pesar de los enormes avances de la microscopía electrónica, la microscopía óptica, lejos de quedar como una técnica obsoleta, continúa mejorando. Esto se debe gracias en parte a las constantes investigaciones que se llevan a cabo para reducir, en lo posible, las limitaciones que esta técnica comporta e incorporar nuevos elementos para una mejora en los exámenes microscópicos.

El microscopio óptico, puede ser de luz transmitida o de luz reflejada. El primero se utiliza para aquellos materiales en los que se pueden realizar cortes de capas muy finas que dejan pasar la luz visible; en caso de materiales muy opacos, se utiliza el de luz reflejada como fue el caso del presente estudio.

El microscopio óptico de reflexión consiste en un haz paralelo de rayos procedentes de una fuente luminosa adecuada, que se refleja en un vidrio plano

inclinado para que, a través del objetivo, alcance la probeta metalográfica. Una fracción de la luz incidente sobre la superficie de la probeta es reflejada por ella, y vuelve a pasar a través del objetivo dando una imagen ampliada del área iluminada. La luz continúa hacia arriba a través del reflector de vidrio plano y se amplifica una vez más al pasar por el sistema superior de lentes, denominado ocular. En la figura 13 se muestra el esquema de un microscopio óptico de luz reflejada.

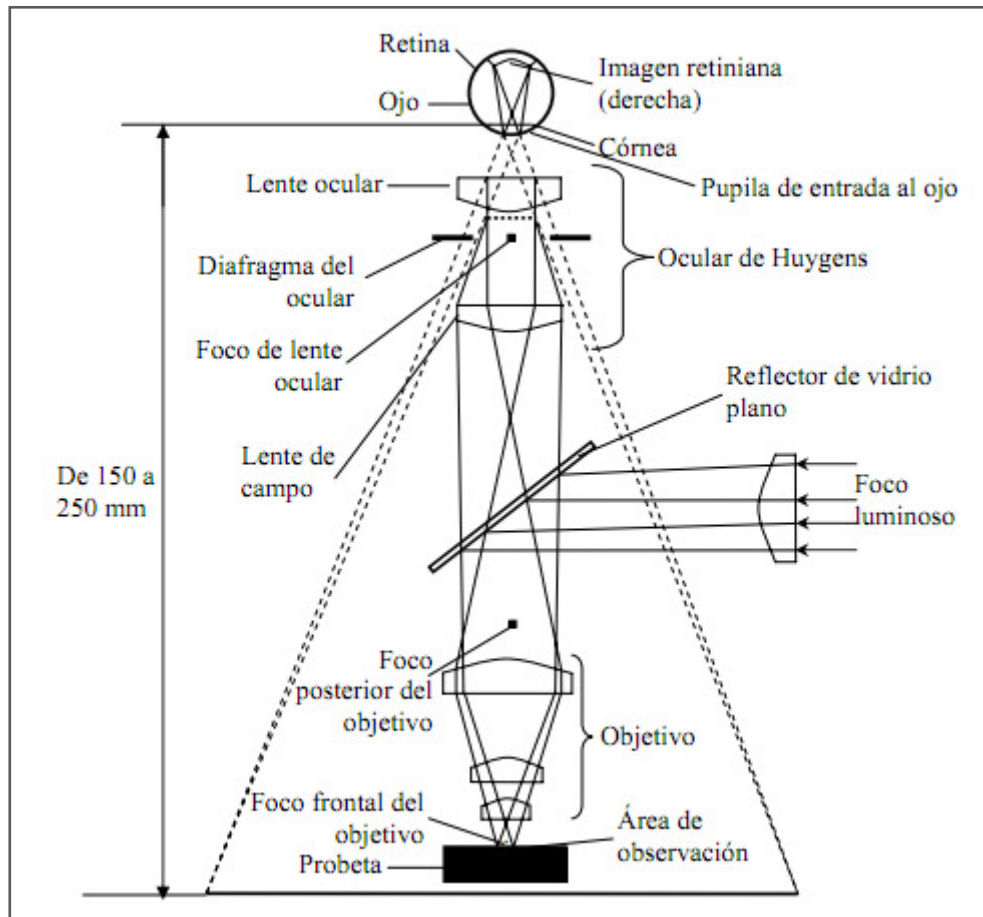


Figura13: Esquema del recorrido de la luz un microscopio óptico de luz reflejada

Los materiales fueron examinadas con un microscopio óptico Olympus modelo GX-71 (Light Optical Microscope, LOM) tomando imágenes a diferentes aumentos (10x, 20x, 40x, 100x y 150x) tratando de buscar las formas de los refuerzos que definieran un patrón a seguir en el material.

3.3.2. Microscopio óptico electrónico de barrido [39]

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es un instrumento capaz de ofrecer un variado rango de informaciones procedentes de la superficie de la muestra. Su funcionamiento se basa en barrer con un haz de electrones un área del tamaño que se desee (aumentos) mientras en un monitor se visualiza la información que hayamos seleccionado en función de los detectores que haya disponibles.

Este instrumento permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado. A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características. Con él se pueden observar los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de diversos materiales, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas.

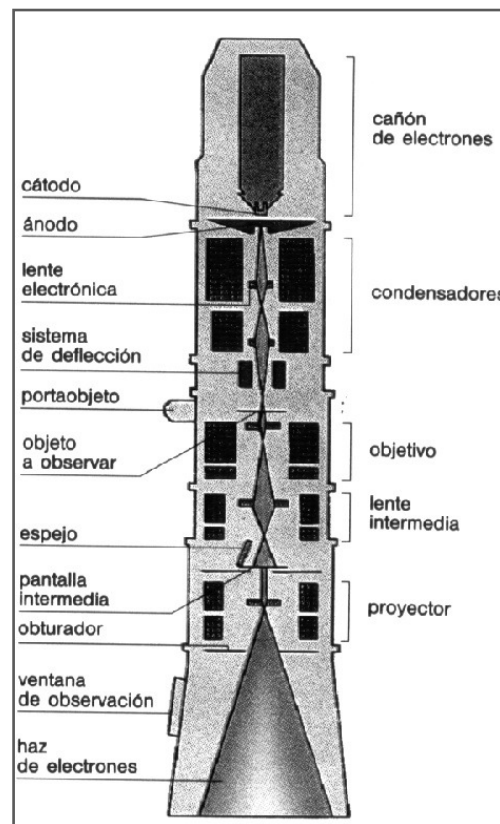


Figura14: Partes de un microscopio óptico electrónico

En el microscopio electrónico de barrido se hace incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV (50 KeV), sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas.

De todas las formas de radiación resultantes de la interacción del haz incidente y la muestra hay dos realmente fundamentales en el microscopio de barrido: los *electrones secundarios* y los *electrones retro dispersados*. Los primeros son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión con el haz incidente. Los electrones retro dispersados sin embargo, son electrones del haz incidente que han interaccionado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados. La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir depende de la topografía de la muestra.

La señal emitida por los electrones y radiación resultantes del impacto se recoge mediante un detector y se amplifica para cada posición de la sonda. Las variaciones en la intensidad de la señal que se producen conforme la sonda barre la superficie de la muestra, se utilizan para variar la intensidad de la señal en un tubo de rayos catódicos que se desplaza en sincronía con la sonda. De esta forma existe una relación directa entre la posición del haz de electrones y la fluorescencia producida en el tubo de rayos catódicos. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra.

El aumento de la imagen producido por el microscopio de barrido resulta de la relación entre las dimensiones de la imagen final y el área de la muestra que ha sido barrida. Así, por ejemplo, si la sonda barre un área de 1 mm^2 de la muestra y la imagen en la pantalla es de 100 mm^2 , ésta ha sido ampliada 100 veces. El poder de resolución del microscopio es determinado directamente por el área mínima que la sonda es

capaz de escanear. El menor diámetro de la sonda con un número mínimo de electrones. [39]

Si la muestra no es buena conductora se acostumbra a recubrirla con una película conductora metálica o de carbono para evitar que ésta se cargue cuando sea irradiada.

3.4. Caracterización Térmica

Para la caracterización térmica se hizo uso de un equipo de análisis térmico simultaneo, en concreto el STA 6000 del fabricante Perkin Elmer.

El STA 600 es un instrumento compacto que ofrece la posibilidad de obtener simultáneamente resultados de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y de análisis termogravimétrico (TGA) mediante una tecnología basada en un sensor avanzado tecnológicamente y un software llamado *Pyris Manager*. Además, este instrumento permite equiparlo con un muestrario vertical automático de carga capaz de gestionar hasta 45 muestras, lo que mejora enormemente la productividad y la manejabilidad de las distintas muestras, como se puede apreciar en la figura 15.



Figura 15: STA6000 con sistema automático de carga

Otras ventajas del STA 6000 son el control de temperaturas preciso, la reducción del tiempo para alcanzar una determinada atmósfera gaseosa pura, y la reducción de los tiempos de enfriamiento lo que también mejora la productividad, todo esto, gracias al sensor *SaTurA* de figura 16.



Figura 16: Sensor donde se coloca la muestra para ser analizada

3.4.1. Análisis Termogravimétrico (TGA) [40]

El análisis termogravimétrico es una herramienta fundamental en los estudios de caracterización de materiales. Este tipo de estudios es muy útil en industrias como la de la alimentación, farmacéutica, etc.

La técnica del TGA consiste en monitorizar la masa de una muestra en función del tiempo o de la temperatura en una atmósfera controlada; en este caso de nitrógeno. Este análisis es capaz de medir la variación de masa que experimenta la muestra a medida que va variando la temperatura y por lo tanto sus posibles cambios de estado. Este instrumento pueden cuantificar la pérdida de agua, pirólisis, oxidación, descomposición, % en peso de carga, etc.

Para poder conseguir unos resultados fiables, se tiene que extremar la precaución al llevar a cabo el experimento, ya que la reproducibilidad de dicho experimento con las distintas muestras tiene que ser alta. Para ello hay que tomar

importantes medidas de control en aspectos como encender el equipo con varias horas de antelación, tener muy limpia la cubeta donde se introduce el material, la cantidad de este material, la cantidad de alúmina en polvo que se utiliza para que la muestra no sufra un calentamiento heterogéneo, la cantidad del gas, el rango de temperaturas, etc. Todo ello habiendo sido comprobada su correcta calibración por un técnico especializado.

Este equipo cuenta con un sistema simétrico de calentamiento, lo que permite la obtención de unos resultados muy fiables.

3.4.2. Calorimetría diferencial por barrido (DSC) [41]

La calorimetría diferencial de barrido mide la diferencia de calor entre la muestra y la referencia como una función de la temperatura. El principio básico subyacente a esta técnica es que, cuando la muestra experimenta una transformación física tal como una transición de fase, se necesitará que fluya más (o menos) calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura. El que la muestra absorba o desprenda calor depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico. Los intervalos de temperatura en los que se producen estas variaciones en el flujo de calor quedan registradas, pudiéndose determinar los intervalos de fusión y cristalización del material, e incluso en ciertas ocasiones, la temperatura de transición vítrea.

En este proyecto, los análisis calorimétricos realizados se efectuaron con el propósito de estudiar las reacciones endotérmicas y/o exotérmicas debidas a posibles reacciones entre los materiales así como para conocer el comportamiento de la aleación/material compuesto en cada una de sus fases. Las cantidades de aleación/material compuesto utilizado para su caracterización térmica fue de 30-40 mg en unos 95 mg de alúmina en polvo, la velocidad de calentamiento empleada fue 10°C/min, y el intervalo de temperaturas desde 100°C hasta 950°C seguido de un enfriamiento libre hasta temperatura ambiente.

3.5. Caracterización de los diagramas de fases

Se han realizado simulaciones para obtener el diagrama de equilibrio de fases de la aleación base. Para obtener estas simulaciones se ha hecho uso del programa Thermo-Calc. Dicho programa trabaja sobre cálculos termodinámicos previamente obtenidos, considerando sistemas en equilibrio sin tener en cuenta la cinética química de las reacciones ni estados de no equilibrio.

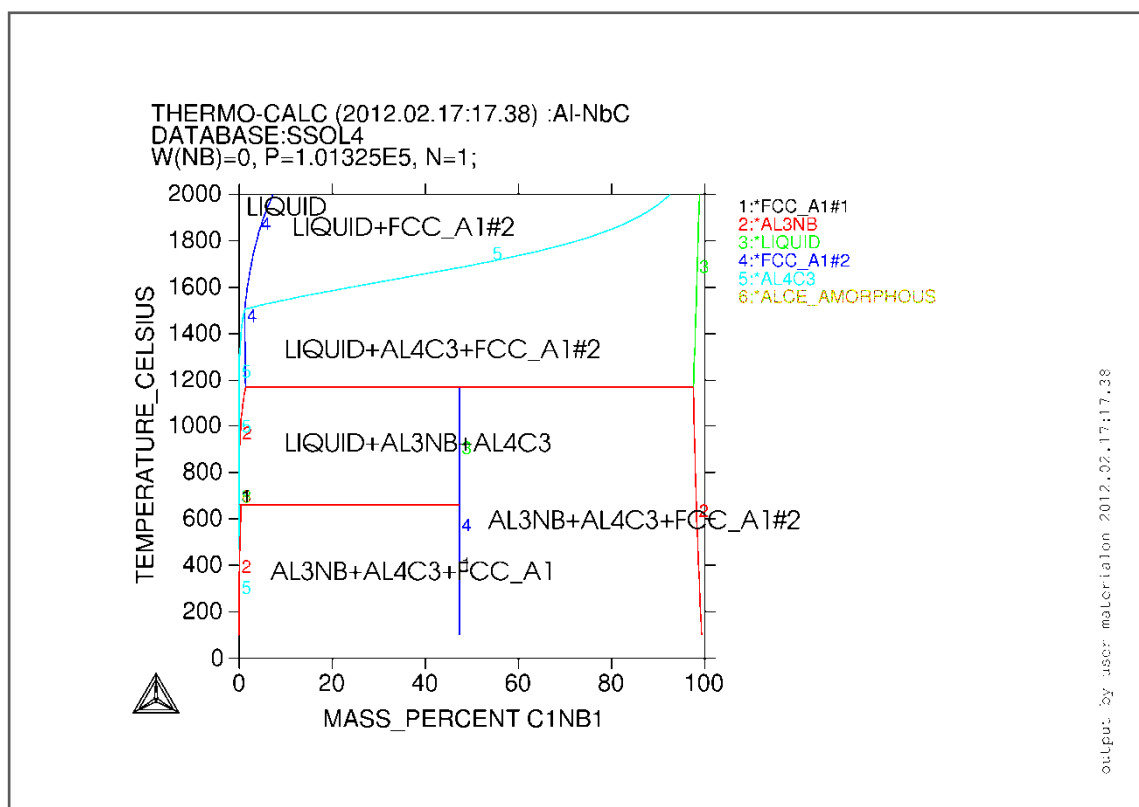


Figura 17: Diagrama de fases obtenido mediante el programa Thermo-Calc

El diagrama de fases nos dará información acerca de lo que se puede encontrar en las muestras; es orientativo pues es una simulación. Representa una situación de equilibrio y enfriamiento lento. Según la figura 17, que aparece como ejemplo, si el carburo de Nb reaccionase con el aluminio (FCC_A1 sólido) podría disociarse y formar AL3NB y AL4C3. A 650°C aproximadamente el aluminio FCC_A1 pasa a LIQUID (fase líquida) y el resto no sufre cambios. Un cambio de fase de sólido a líquido es endotérmico y es el pico más intenso de la gráfica STA. Sin embargo pueden aparecer

un par de picos más pequeños cuando se emplea aleación mecánica. Estos picos pueden estar asociados a cambios de fase; este tipo de información es la que se puede obtener de los diagramas de fase, siendo reacciones endotérmicas o situaciones de recuperación, es decir, eliminación de tensiones residuales derivadas de la deformación tanto del proceso de extrusión como de aleación mecánica.

3.6. Dureza

Para determinar la dureza del material sinterizado se escogió la escala Vickers. Para ello se utilizó un durómetro Vickers, con una carga de 0,2 kN.

La determinación de dureza se basa en la medición de la resistencia que oponen los cuerpos a ser penetrados. Los valores se obtienen dividiendo la carga por la superficie de la huella, en el caso de la escala Vickers. El cuerpo penetrador es un diamante tallado en forma de pirámide. Para calcular la dureza se debe medir la mayor diagonal del rombo que forma el diamante al penetrar en la pieza.

Para evaluar esta propiedad se realizaron al menos tres penetraciones por material, tomando como valor medio el de la media aritmética de las tres medidas.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Introducción

En esta fase se expondrán los resultados obtenidos mediante todos los experimentos descrito con anterioridad en el apartado de Proceso Experimental. Con estos resultados se pretende concluir una serie de aspectos que ayuden a entender el comportamiento de los distintos materiales estudiados, tales como determinar en qué propiedades influyen las horas de molienda, el tipo de refuerzo o la técnica de obtención del material. Así mismo se tratará de buscar aplicaciones a estas nuevas propiedades que se desprendan de los materiales compuestos estudiados.

Para la representación gráfica existen dos tipos de líneas que se pueden seguir:

- **Representación según el tipo de experimento:** Este método consiste en hacer la división de la representación de los resultados en función del experimento que se aborde en cada caso, tratando todos los distintos materiales en cada caso.
- **Representación según el material:** Este método consiste en hacer la división principal en función de cada material compuesto estudiado y en cada caso estudiar todos los resultados obtenidos en todos los experimentos y ensayos realizados.

Se ha considerado más importante e interesante el segundo método mencionado, la Representación según el material ya que ofrecerá una visión más global de la comparativa de propiedades entre los distintos materiales, tratando de buscar y comprender el comportamiento general del material, no solamente su comportamiento frente a cargas térmicas o su microestructura por separado. En definitiva, el objetivo principal es de integrar mejor los resultados obtenidos abordando cada material por separado.

4.2. Aleación base

En primer lugar se analizará la aleación base, la matriz de las aleaciones que se van a estudiar, con el fin de poder comprender como afecta la microestructura al comportamiento final de los compuestos.

Como se ha explicado anteriormente, la aleación 2014 ha sido obtenida mediante el mezclado de polvos de sus componentes mediante un proceso de molienda de alta energía a 700 rpm durante 10 horas. Durante este proceso de aleación mecánica, el polvo es sometido a una continua soldadura y fractura por acción de las bolas y cuerpos molidores, lo que va a incidir en la morfología de la aleación.

a) MICROSCOPÍA ÓPTICA:

Se han obtenido imágenes de la aleación 2014 a diferentes aumentos, como se ha explicado anteriormente:



Figura 18: Aleación base a 10x mediante el microscopio óptico

La figura 18 nos muestra una visión global de la matriz (10x) en la que se puede apreciar, en negro, algunas de las partículas de cobre, silicio o magnesio que la forman. Recordemos la composición de esta aleación base equivalente a la 2014:

Elemento	Cu	Mg	Si	Al
% en peso	4,4	0,5	0,7	bal

Tabla 6: Composición de la aleación 2014 utilizada como matriz para este estudio

Llama la atención la poca dureza del aluminio que es rayado fácilmente, probablemente por alguna de estas partículas, anteriormente nombradas, que se hayan podido desprender durante el proceso de desbastado y pulido ya que tienen una mayor dureza. En la figura 19 (150x) se aprecia el mismo fenómeno.

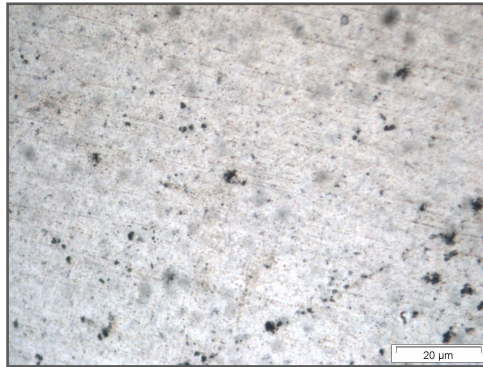


Figura 19: Aleación base a 150x mediante el microscopio óptico

b) SEM:

Por otro lado, lo que revela la microscopia de barrido electrónico, como se pueden apreciar en la figura 20, es una distribución de precipitados granolumétrica homogénea. Aunque la forma del precipitado de cobre, silicio y magnesio, tienen una forma irregular, su distribución en la matriz podría decirse que es casi perfecta.

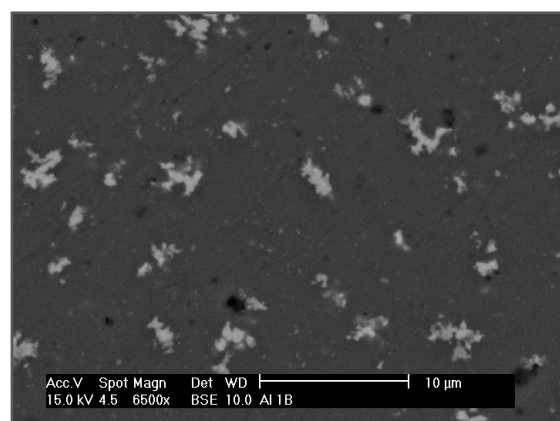
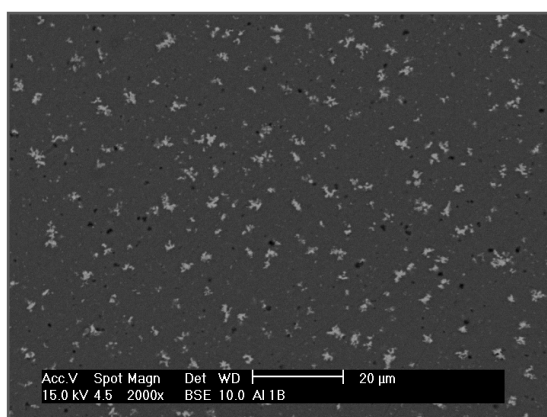


Figura 20: Aleación base a través del SEM a distintos aumentos

Se observan claramente 2 fases distintas y unas manchas negras. Estas manchas negras son poros que han quedado en la superficie del material a la hora de realizar su pulido. Existe una fase mayoritaria de color gris oscuro que es el aluminio, mientras que las partículas más claras son las partículas de refuerzo de cobre, magnesio y silicio.

c) DIAGRAMA DE FASES Y STA:

Una vez representados en una gráfica los resultados obtenidos en el STA, disponemos de una manera más visual de poder comentar los resultados, como muestra la figura 21 a continuación.

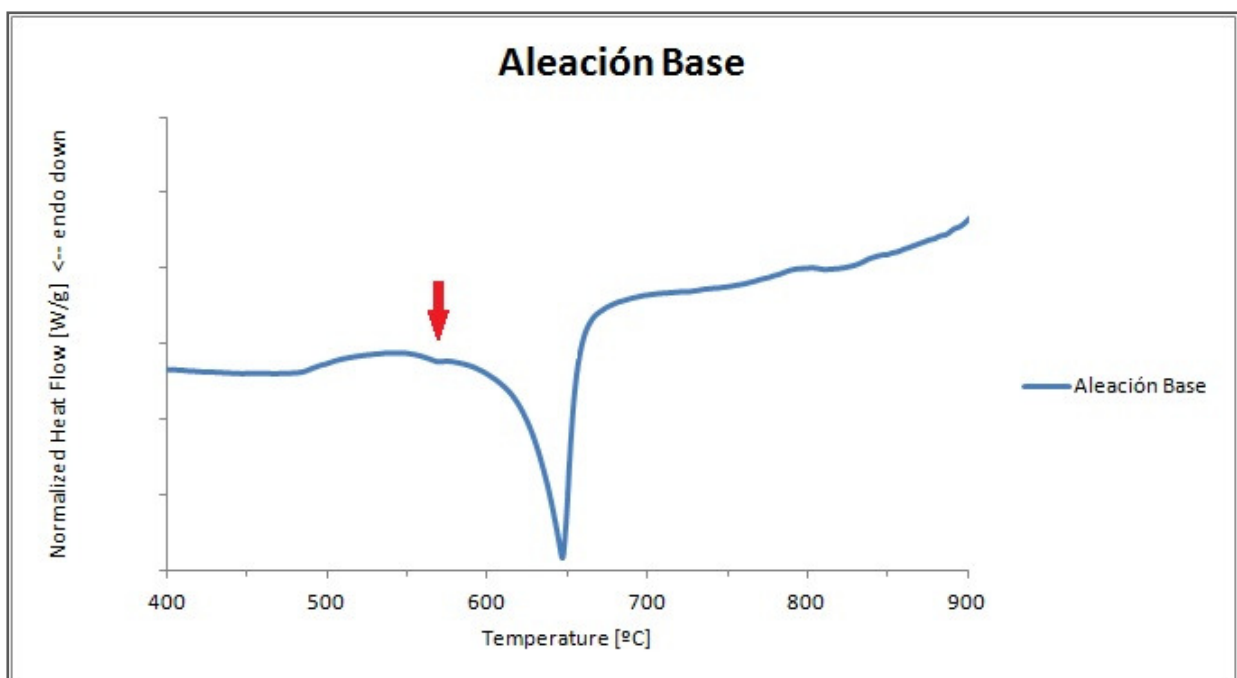


Figura 21: Flujo de energía de la muestra de la aleación base al someterla a un calentamiento hasta 900°C

En ella se encuentra dos puntos de inflexión, o cambios en la transferencia de calor de la muestra a la atmósfera. En concreto el primero aparece a los 574°C según los resultados obtenidos, y señalado en el gráfico con una flecha roja. Este cambio de tendencia en el flujo de calor representa una cesión de energía de la atmósfera al material. Esto podría deberse a una reacción endotérmica correspondiente a un

cambio de estado o bien a una relajación de tensiones del material ya que cuando éste fue obtenido por extrusión, fue sometido a esfuerzos de deformación y por lo tanto a acumulación de tensiones como se ha explicado en el proceso de obtención del material final.

Todo ello se puede comprobar con el diagrama de fases obtenido por Thermo-Calc que dirá si a esa temperatura se produce algún cambio de fase o la aparición de un compuesto intermetálico.

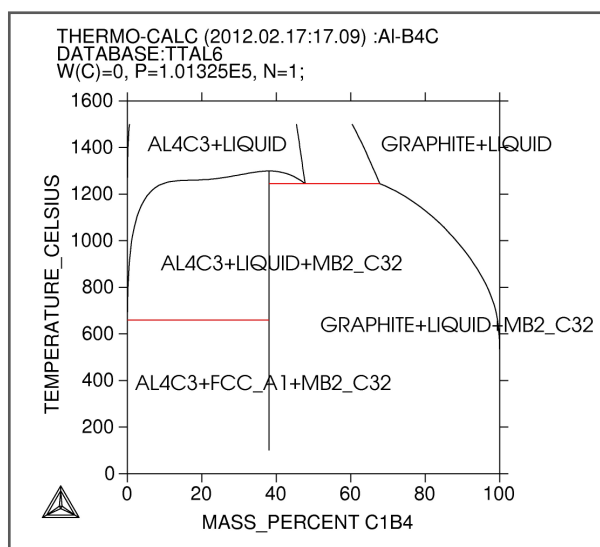


Figura 22:Diagrama de fases de la aleación base

En la figura 22 se puede observar cómo solamente existe un cambio de estado en el rango de temperaturas estudiado (100-950°C) que se da a 660°C. Este cambio de fase corresponde con la temperatura de fusión del aluminio. Se puede afirmar que el primer pico a 574°C se trata de la relajación de tensiones del material, y el segundo pico y mucho más importante a 646,5°C como se puede observar en el resultado del STA corresponde a la fusión del aluminio.

Estos dos picos se verán reflejados en las distintas muestras se analizará la posible aparición de diferencias entre ellas.

d) DUREZA

Según la media de las tres medidas obtenidas con el método Vickers se ha obtenido un valor de 128,6, correspondiendo al valor más bajo de dureza de todos los materiales estudiados en este proyecto, como era de esperar.

4.3. 2014 + NbC

a) MICROSCOPIA ÓPTICA:

En la siguiente secuencia de figuras se observa la microestructura de la aleación 2014 reforzada con carburo de Niobio, según las horas de molienda. Se han seleccionado aumentos de 10x para ver la homogeneidad del material y de 150x para definir la forma de los refuerzos. Como es lógico se debería ver diferencias importantes según las horas de molienda, siendo los refuerzos más grandes en los casos cuya molienda haya sido baja o inexistente (0 horas, mezclado manual) lo que determina la dureza del material.

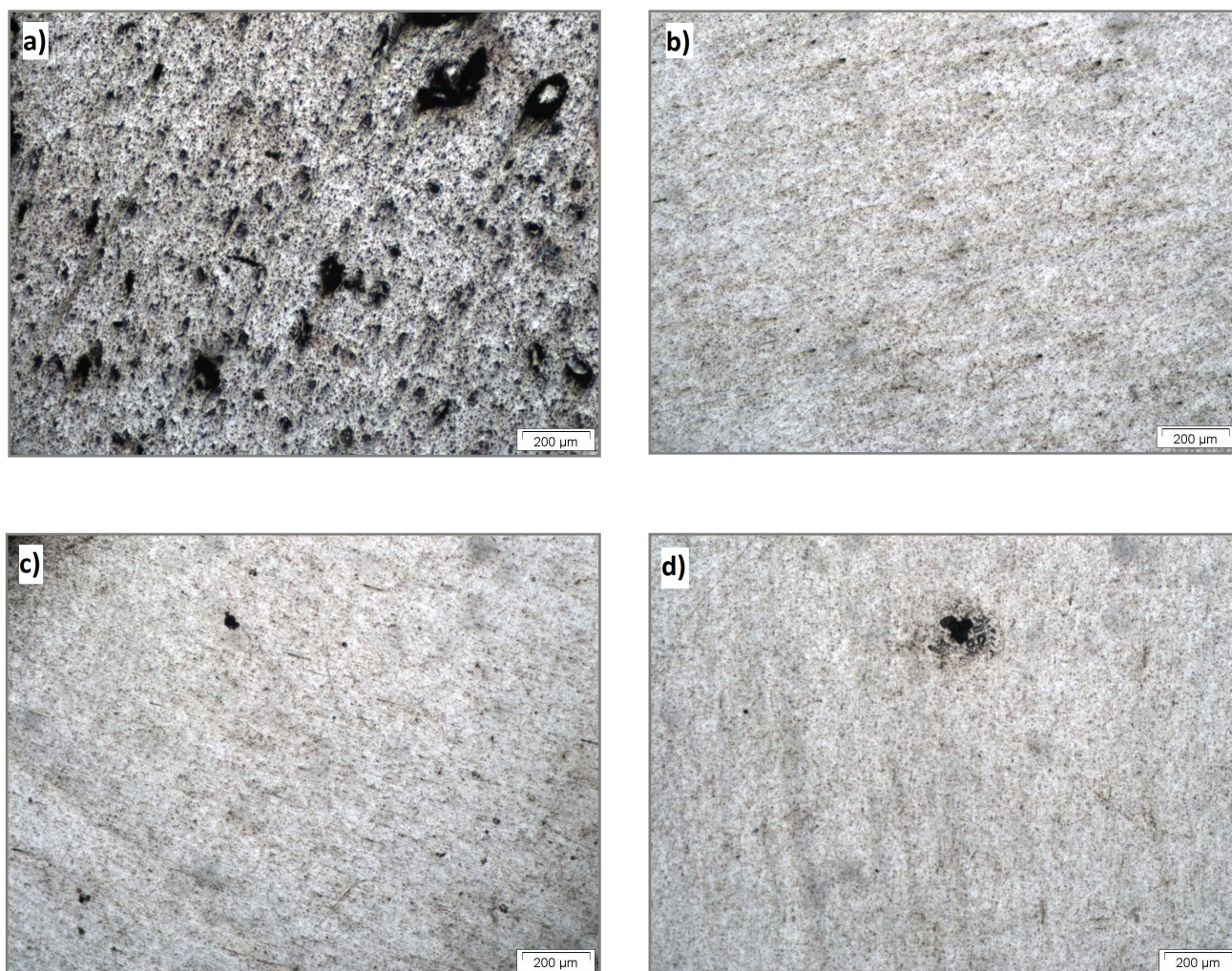


Figura 23: Secuencia de imágenes 10 x de la aleación base reforzada con carburos de Niobio según sus horas de molienda: a) 0h, b) 5h, c) 7h, d) 10h

Como se puede observar claramente en la primera imagen los refuerzos de NbC tienen un tamaño de 140 μm llegando incluso en algunos casos a 240 μm y no están homogéneamente distribuidos. En la parte superior de la imagen aparecen tres carburos de importante tamaño, mucho mayores que los demás. Por el contrario, en la siguiente imagen tras 5 horas de molienda ya se observa que la distribución de los carburos es mucho más homogénea, el tamaño de los refuerzos mucho menor (20 μm). Esto se debe a que la mezcla manual no consigue dispersar los aglomerados de carburos tal y como se observa en la microestructura.

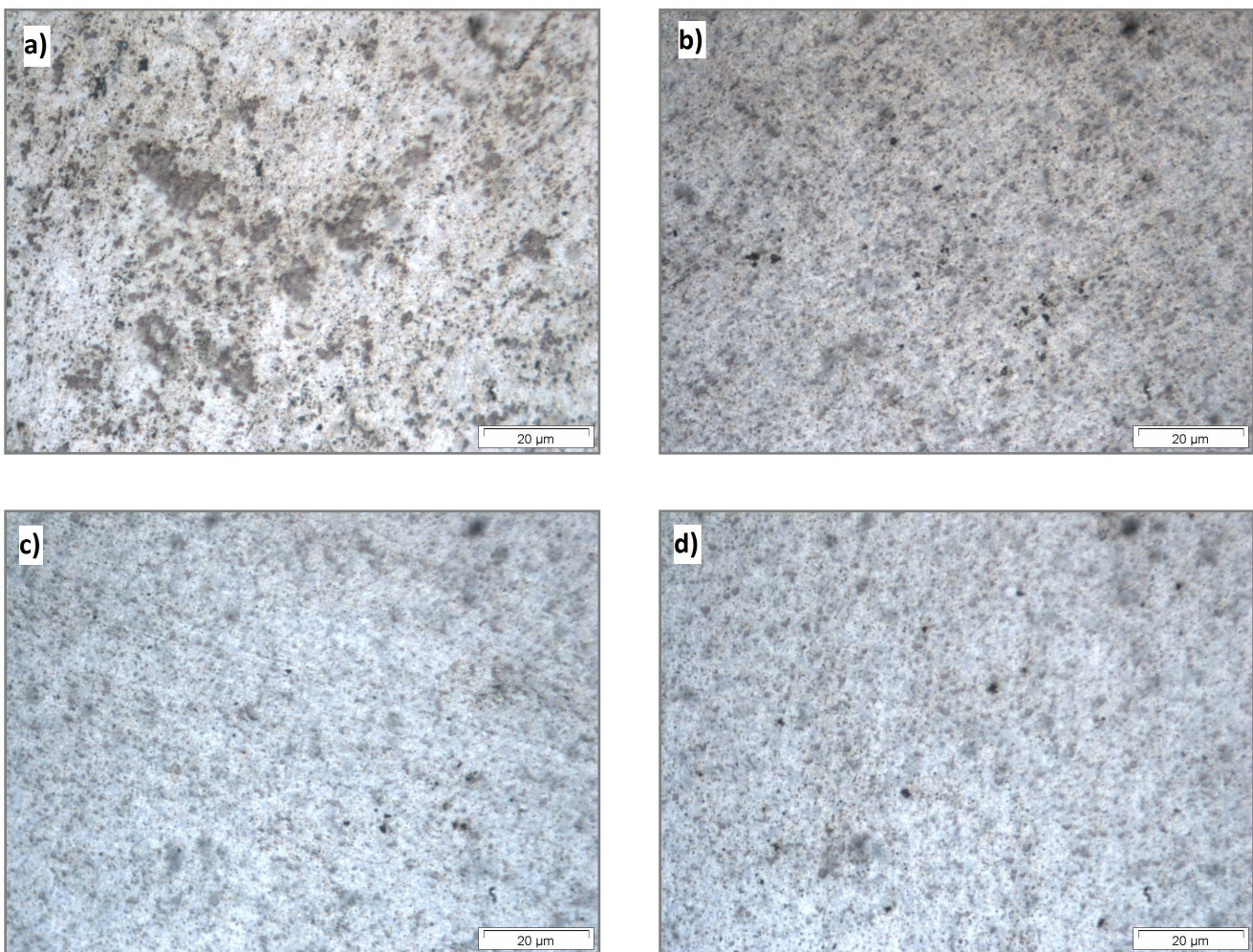


Figura 24: Secuencia de imágenes 150 x de la aleación base reforzada con carburos de Niobio según sus horas de molienda: a) 0h, b) 5h, c) 7h, d) 10h

Como era de esperar, a mayor tiempo de molienda mejor distribución de los carburos. Se puede observar claramente un carburo de tamaño de 7 μm en la parte

superior izquierda de la imagen de 7 horas de molienda en una matriz más homogénea que en el caso de 5 horas de molienda. Gracias al SEM se puede comprobar la composición de estas aglomeraciones de carburos.

Esta modificación o variación en la distribución del refuerzo va a afectar directamente a la medida de la dureza.

b) SEM:

El SEM ofrece una visión más precisa sobre tamaños, formas y composiciones de los carburos y precipitados.

Gracias a esta tecnología se puede conocer cuál es la composición de las partículas que se observan en las imágenes gracias al espectro. Esto es interesante para no confundir los carburos con posibles óxidos que se hayan producido. Para la fase 1 se han obtenido imágenes a 2000x (Figura 25) y 6500x.

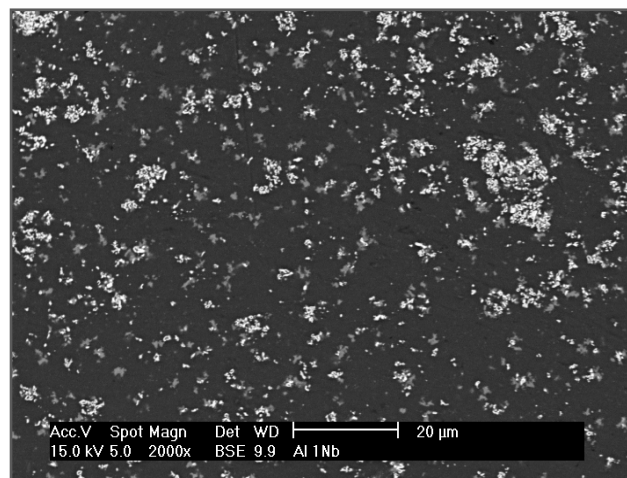


Figura 25: Aleación base reforzada con carburo de Niobio a 2000x

La composición de los distintos microconstituyentes será constante en todas las muestras: las partículas de color más claro serán los carburos, las grisáceas serán precipitados de la propia aleación (magnesio, cobre, silicio, etc) y la parte predominante más oscura será la propia aleación. Esto se debe a la diferencia de peso atómico. De manera que la fase de mayor peso atómico aparecerá más brillante gracias al análisis de electrones retrodispersados. En la imagen 26 se puede apreciar muy bien:

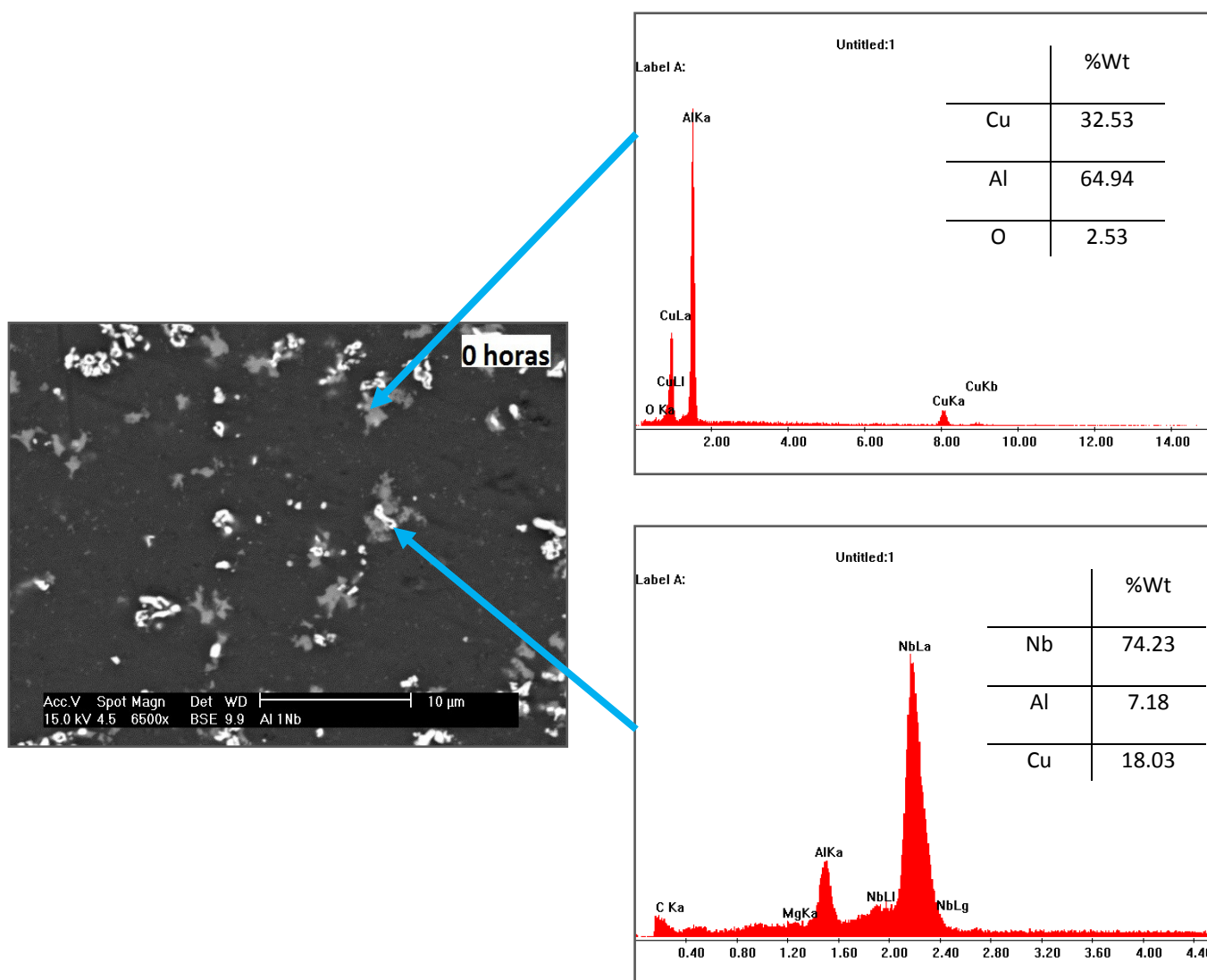


Figura 26: Aleación base reforzada con carburo de Niobio a 6500x mediante el SEM y la composición de las diversas partículas constituyentes

Si se observa la comparativa de la figura 27 obtenida por SEM según las distintas horas de molienda, se percibe el mismo fenómeno que se vio anteriormente mediante del microscopio óptico. En la imagen de 5 horas de molienda se observa una mejor distribución de los precipitados en la matriz, homogeneizando la mezcla. Mejora que aumenta con el tiempo de molienda.

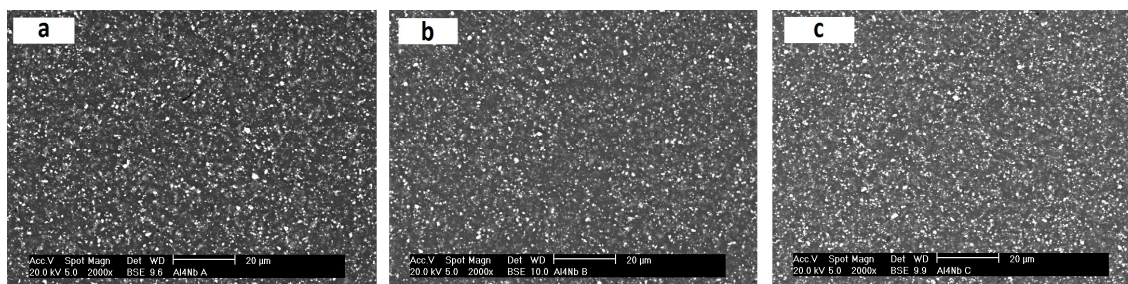


Figura 27: Secuencia de imágenes de la aleación base reforzada con carburos de Niobio según sus horas de molienda: a) 5h, b) 7h, c) 10h

c) DIAGRAMA DE FASES Y STA:

En la figura 28 se han representado los resultados obtenidos en el STA, resultando especialmente interesante si se compara las 4 etapas.

En primer lugar se observa la aleación base 2014 junto con carburos de Niobio (NbC) en un 5% vol mezclada manualmente (0 horas). Llama la atención la linealidad de los resultados y puede observarse claramente que se trata de la muestra con menor transferencia de calor a la atmósfera de las comparadas en este apartado. Esto es debido a la escala en la que se han representado, siendo mucho más importantes las variaciones obtenidas por los materiales compuestos a 5,7 y 10 horas de molienda.

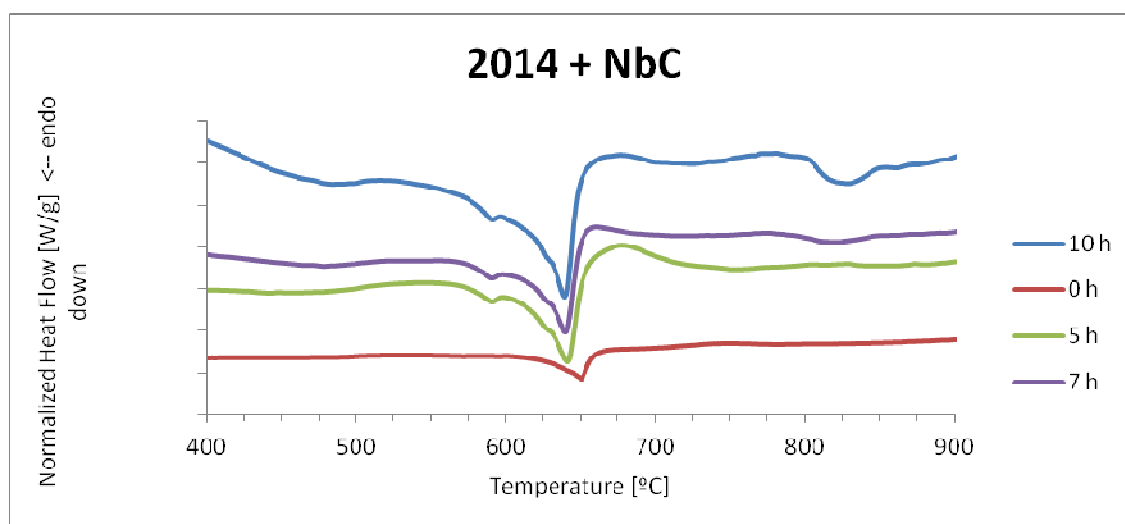


Figura 28: Flujo de energía de la muestra de la aleación base reforzada con carburo de Niobio al someterla a un calentamiento hasta 900°C en función de las horas de molienda

En todas las muestras obtenidas mediante molienda de alta energía, se observa que la relajación de tensiones que tiene lugar a unos 574°C aumenta con respecto al material obtenido por mezcla manual. Esto es debido a que durante la molienda también se incrementa el estado de deformación de la matriz. Además esta deformación se incrementa con el tiempo de molienda. Así durante el calentamiento, la relajación de tensiones es mucho mayor. Además, se comprueba que el punto de fusión del Aluminio descende en función de las horas de molienda, obteniéndose los siguientes resultados de valores máximos de transferencia de calor:

- 0 horas molienda: T^a fusión= 650,41 °C
- 5 horas molienda: T^a fusión= 641,18 °C
- 7 horas molienda: T^a fusión= 639,92 °C
- 10 horas molienda: T^a fusión= 638,95 °C

Por otro lado aparece una variación de transferencia de calor que podría ser significativa a unos 630°C, según se ve en la figura 29, que se reproduce en todas las muestras de molienda de alta energía.

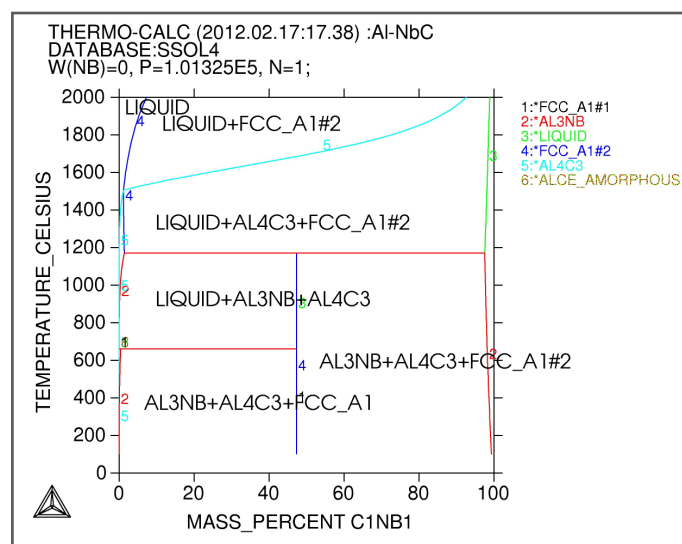


Figura 29: Diagrama de fases de la aleación reforzada con carburo de Niobio

Para tratar de buscar una explicación a este fenómeno se hace uso de los resultados del Termocalc, en la figura 10, obtenidos para este material compuesto. Se observa que por encima de los 600°C existe un cambio de fase, pero se corresponde a la fusión del aluminio ya explicada anteriormente. Con un porcentaje del 5% de refuerzo, no se observan grandes cambios en el comportamiento del compuesto por debajo de los 950°C estudiados.

d) DUREZA:

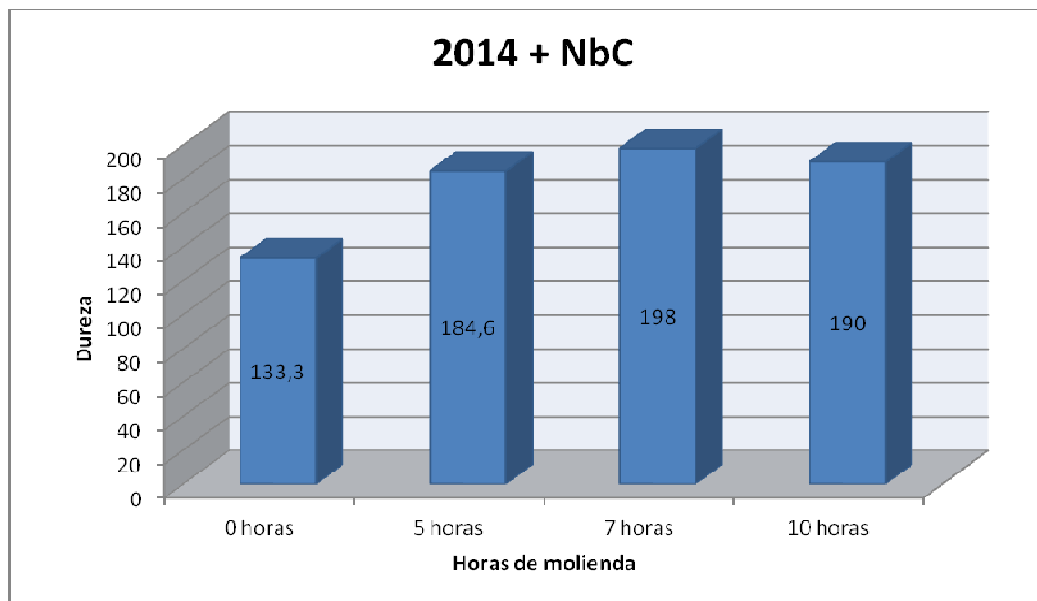


Figura 30: Dureza Vickers del material compuesto 2014 + NbC en función de las horas de molienda

Como se puede ver en la figura 30, se observa un gran incremento de la dureza entre el mezclado manual y el mezclado de alta energía. Esto es lógico debido al endurecimiento ya explicado anteriormente. El fenómeno que ocurre a partir de las 7 horas de molienda no es tan habitual ya que se produce un descenso de la dureza en el material a medida que aumentamos las horas de molienda. Esto podría deberse a que el mayor tiempo de molienda ha provocado un mayor grado de deformación en el polvo por lo que este necesita menor temperatura para la relajación de tensiones. Podría ocurrir que durante el proceso de extrusión se ablanda más el material al existir un aumento importante de la temperatura de la muestra.

4.4. 2014 + VC:

a) MICROSCOPIA ÓPTICA:

A continuación se muestran los resultados de los materiales compuestos reforzados con VC. Las imágenes tomadas a 10x no son muy reveladoras, pero por el contrario las tomadas a 150x sí. En las primeras, representadas en la Figura 31, se puede observar mucha porosidad en la superficie del material que va disminuyendo a medida que aumentan las horas de molienda.

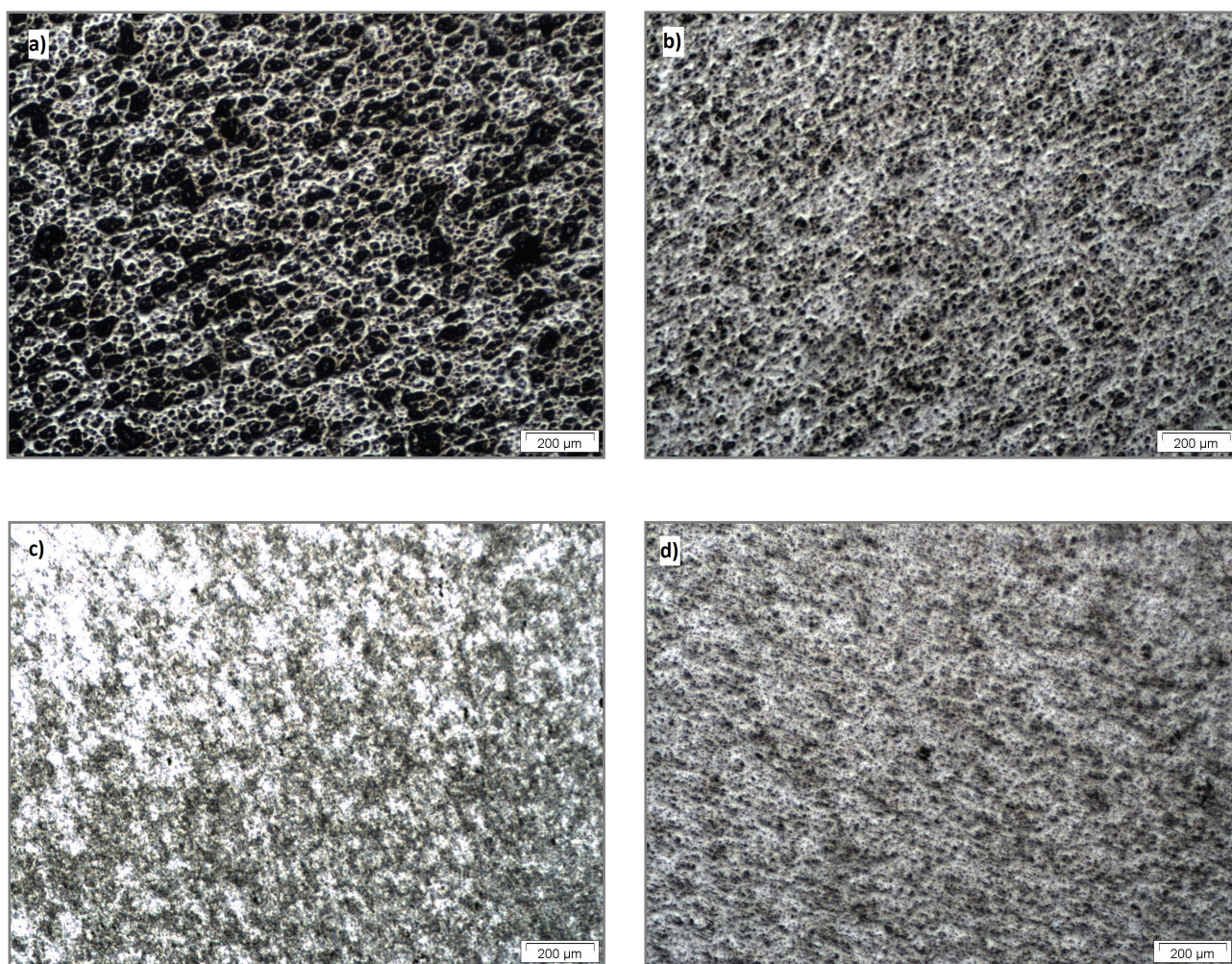


Figura 31: Secuencia de imágenes 10 x de la aleación base reforzada con carburos de Vanadio según sus horas de molienda: a) 0h, b) 5h, c) 7h, d) 10h

En este caso llama la atención la aparición de carburos gran tamaño para la mezcla de polvos manual, como se puede apreciar en la Figura 32a, correspondiente a 0 horas de molienda. Este tamaño se reduce drásticamente para la etapa nº 4 y se mantiene prácticamente constante, aunque la matriz se homogeneiza considerablemente. Esto puede dar lugar a un material de elevada resistencia con una ductilidad media.

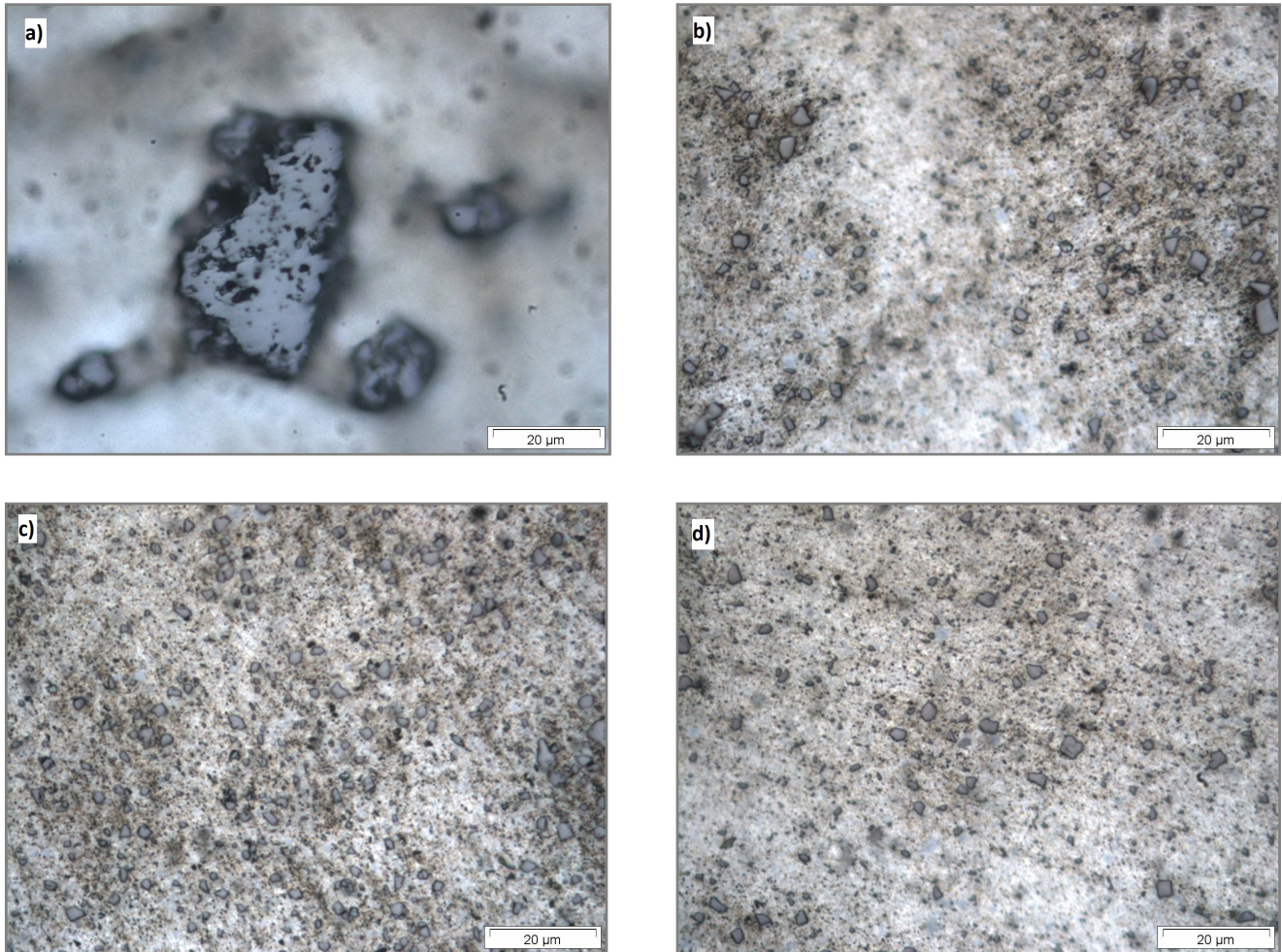


Figura 32: Secuencia de imágenes 150 x de la aleación base reforzada con carburos de Vanadio según sus horas de molienda: a) 0h, b) 5h, c) 7h, d) 10h

b) SEM:

El SEM revela que la forma de los carburos es, en el caso de las partículas pequeñas, de forma angulosa y larga. En los refuerzos de mayor tamaño esta forma es más equiaxial como se aprecia en la Figura 33.

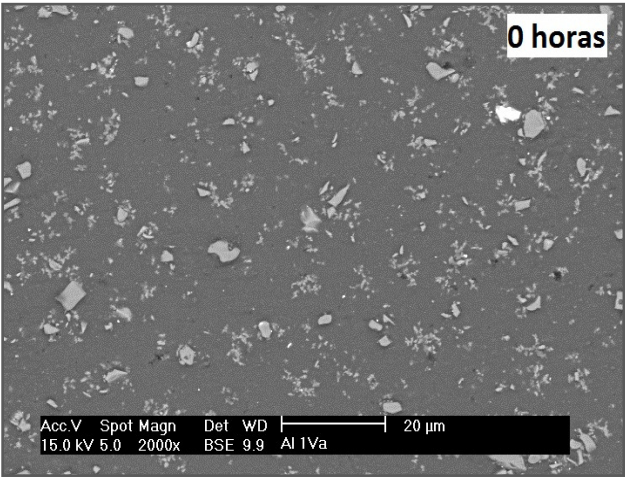


Figura 33: Aleación base reforzada con carburo de Vanadio a 2000x mediante el SEM

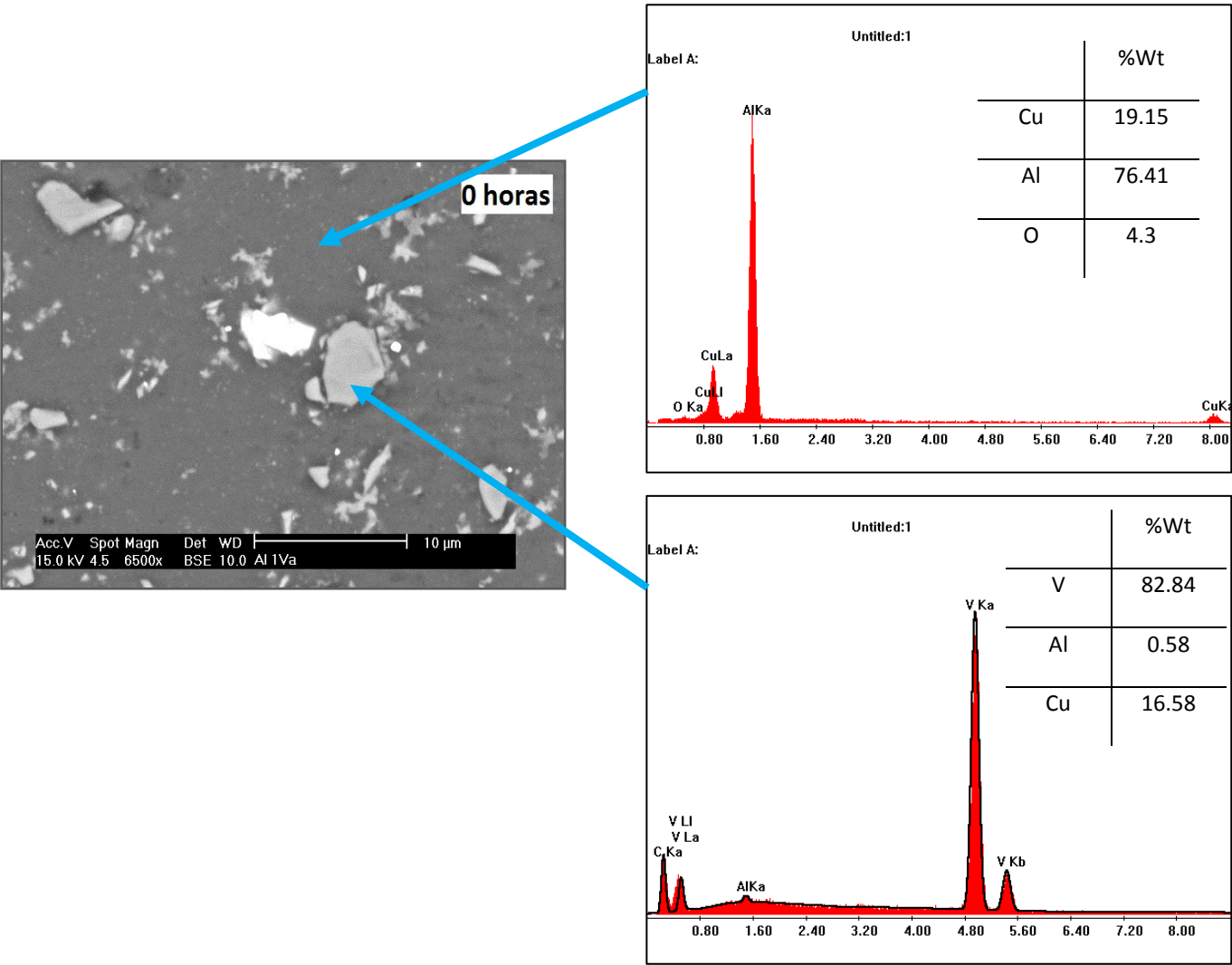


Figura 34: Aleación base reforzada con carburo de Vanadio a 6500x mediante el SEM y la composición de las diversas partículas contituyentes

En la figura 34 se observa el resultado del análisis de comparación semicuantitativo de una partícula correspondiente a un refuerzo de VC así como del análisis un precipitado rico en Cu.

En la Figura 35, en función de las horas de molienda, se observa el proceso de mejor dispersión de refuerzo en la matriz, pero hay otro fenómeno que llama más la atención en este caso y es la forma de los refuerzos. Analizando la imagen de menor tiempo de molienda, se pueden ver partículas con forma circular, alargadas, e irregulares. A medida que aumenta el tiempo de dicha molienda se ve como los cuerpos más irregulares van estandarizando su forma aunque manteniendo el tamaño relativo. En la fase de 10 horas de molienda apenas se observan carburos irregulares o alargados, esto repercutirá significativamente en las propiedades mecánicas del material.

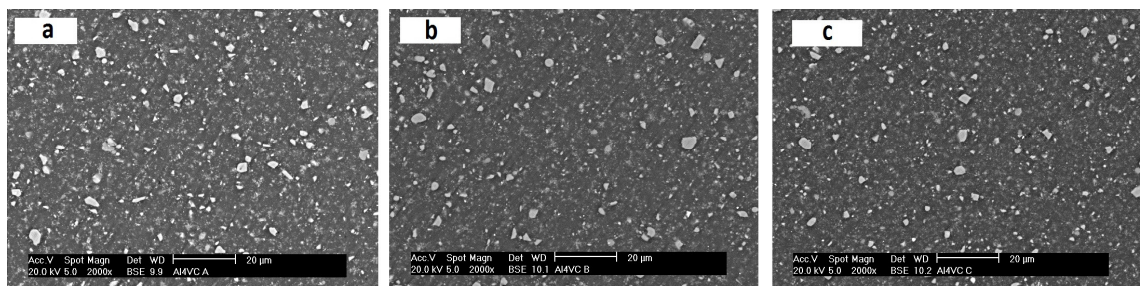


Figura 35: Secuencia de imágenes de la aleación base reforzada con carburos de Vanadio según sus horas de molienda: a) 5h, b) 7h, c) 10h

c) DIAGRAMA DE FASES Y STA:

En este caso el estudio realizado con el STA desvela un proceso o transformación que sufre algún componente del material cuando la temperatura se aproxima a los 750°C. Se puede observar en la figura 36, (señalado con una flecha) cómo hay una cesión de calor a la atmósfera sobre ese rango de temperaturas. Este fenómeno se repite en todos los materiales reforzados con carburos de vanadio. Curiosamente en las muestras de 5 horas de molienda y 7 horas es en los cuales la variación de energía es menor. En la muestra de mezclado manual se produce a menor temperatura que en los demás casos.

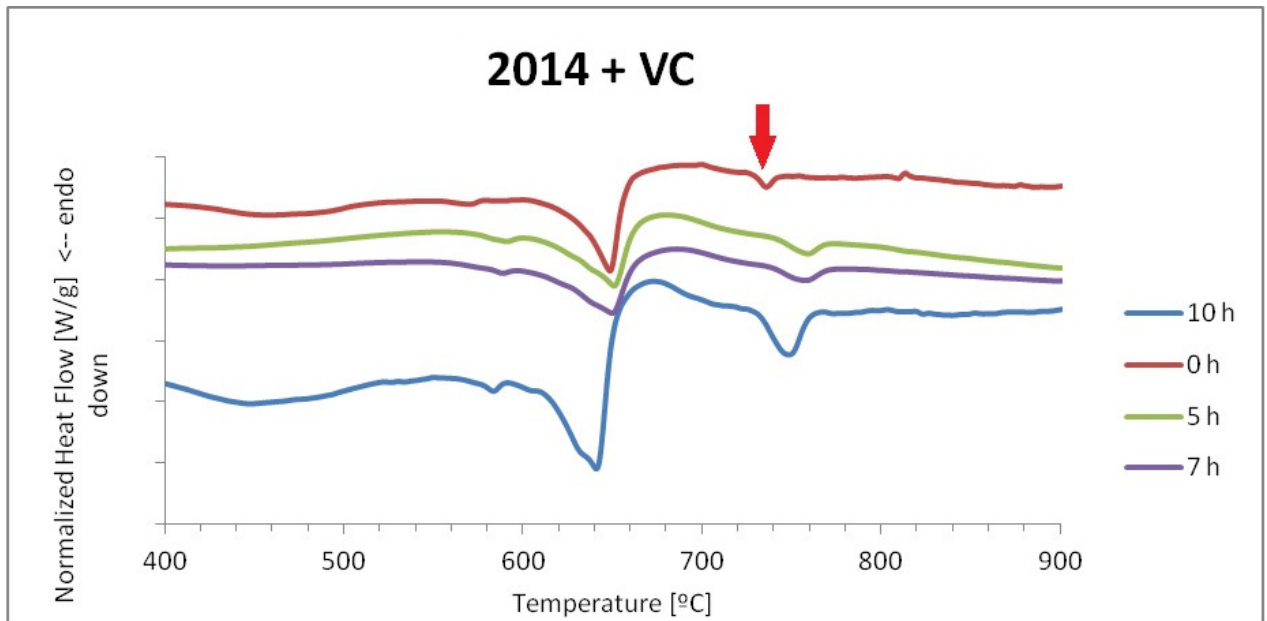


Figura 36: Flujo de energía de la muestra de la aleación base reforzada con carburo de Vanadio al someterla a un calentamiento hasta 900°C en función de las horas de molienda

Se observa, a su vez, la relajación de tensiones producida a unos 570°C y la fusión del aluminio sobre los 660°C. A continuación, el diagrama de fases nos dirá si se ha podido producir un cambio de fase de algún componente.

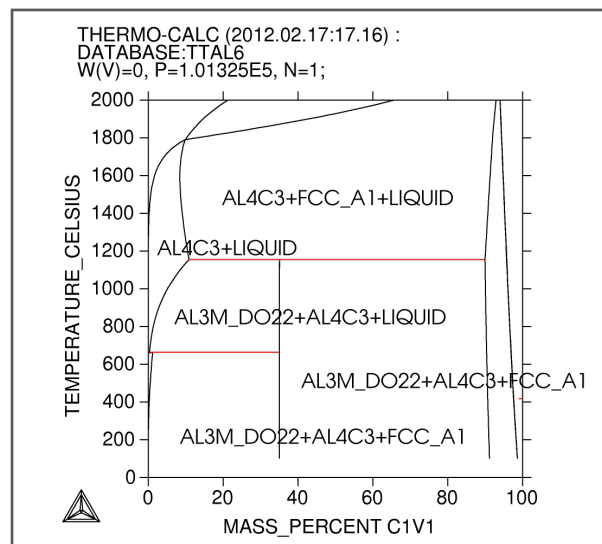


Figura 37: Diagrama de fases de la aleación reforzada con carburo de Vanadio

El diagrama de fases, figura 37, nos revela que entre 750°C y los 800°C, en la aleación con carburo de vanadio al 5%, sufre un cambio de fase, parte de la aleación, la denominada AL3M_DO22 pasa a estado líquido, podría formarse un intermetálico.

d) DUREZA:

El análisis de la microdureza Vickers confirma que a mayor tiempo de molienda la dureza del material compuesto aumenta. En concreto, se observa una progresión lineal de la proporción horas de molienda / dureza.

Cabe destacar el aumento de la dureza del material reforzado respecto a la aleación base, teniendo una dureza de la muestra inicial de la aleación 2014 sin reforzar de 128,6 frente a los 191,33 tras 10 horas de molienda del material reforzado con carburos de Vanadio.

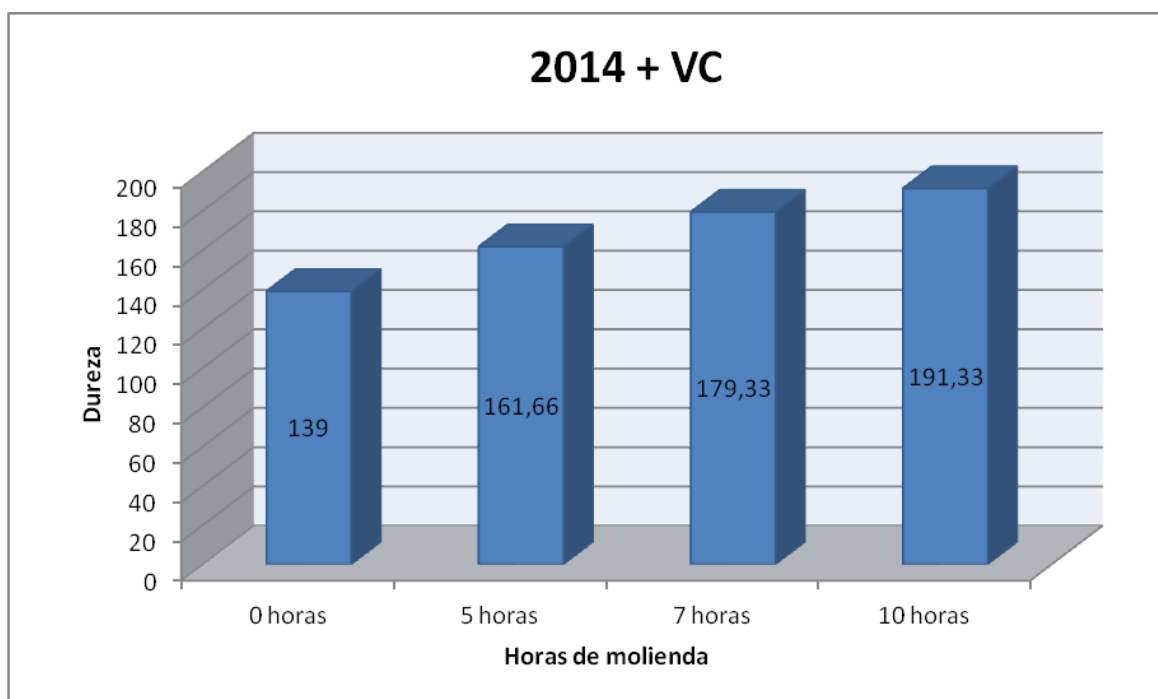


Figura 38: Dureza Vickers de la muestra de la aleación + VC según las horas de molienda

4.5. 2014 + TiC:

a) MICROSCOPIA ÓPTICA:

En el material compuesto reforzado con TiC y obtenido por mezclado manual se puede observar los mismos fenómenos que en los casos anteriores. Como se puede comprobar en la figura 39, existe una elevada porosidad en la superficie del material debido al arranque de partículas durante el desbaste, que se corresponde con las imágenes tomadas a 150x. La imposibilidad de enfocar correctamente se debe a la porosidad superficial.

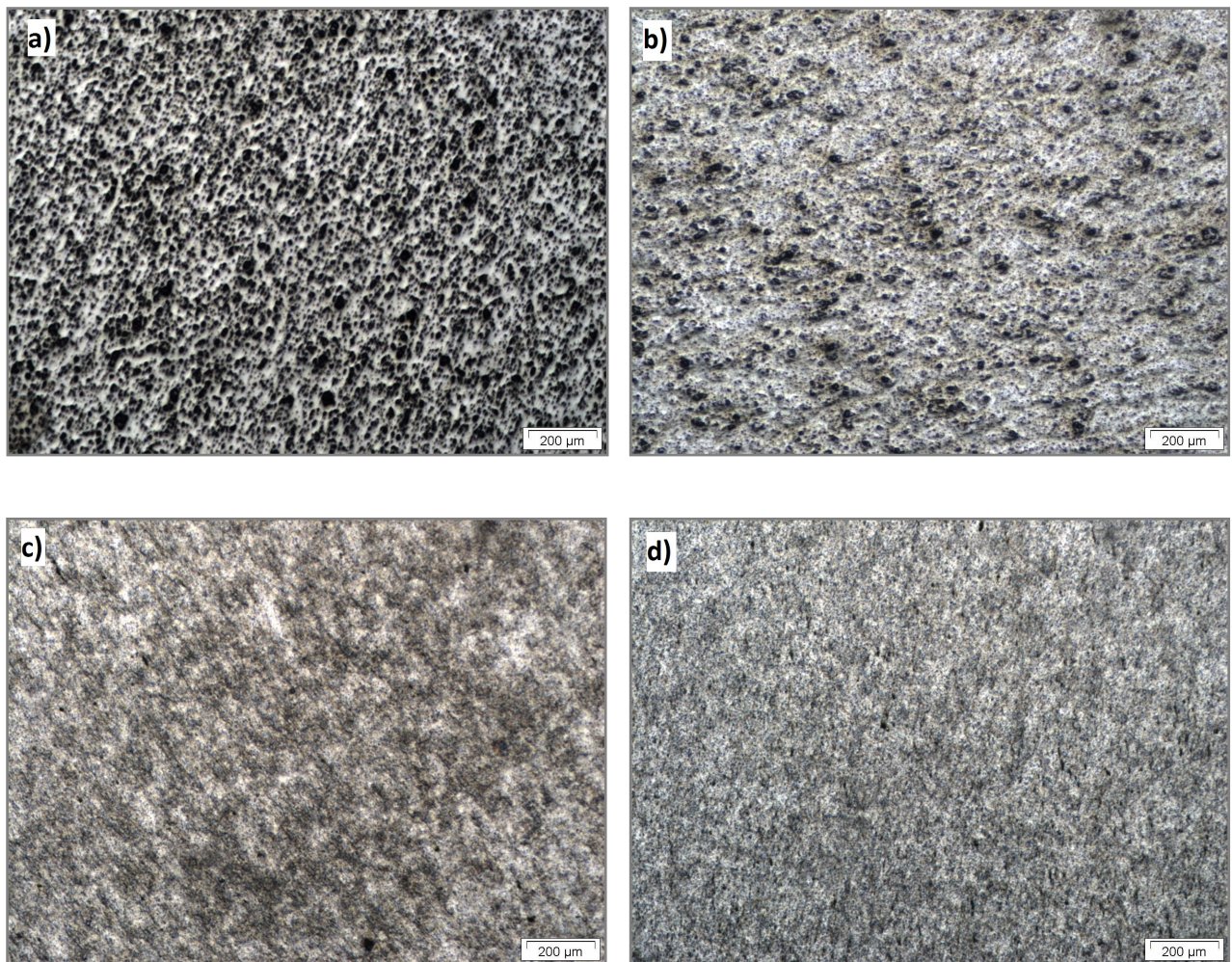


Figura 39: Secuencia de imágenes 10 x de la aleación base reforzada con carburos de Titano según sus horas de molienda: a) 0h, b) 5h, c) 7h, d) 10h

Claramente se pueden distinguir tres aspectos a los que se debe atender: El tamaño del refuerzo, la distribución en la matriz, y la porosidad. En la figura 40 a) se puede ver partículas de refuerzo de 8-9 μm mal distribuidos en la matriz. Tras 5 horas de molienda se produce una disminución del tamaño a 6 μm aproximadamente que da lugar a que la zona tenga mayor dureza y se vea menos afectada por el pulido y por el desbaste que las zonas con menos cantidad de refuerzo, es por ello que las zonas superior e inferior de la imagen están desenfocadas, debido a que están en otro plano.

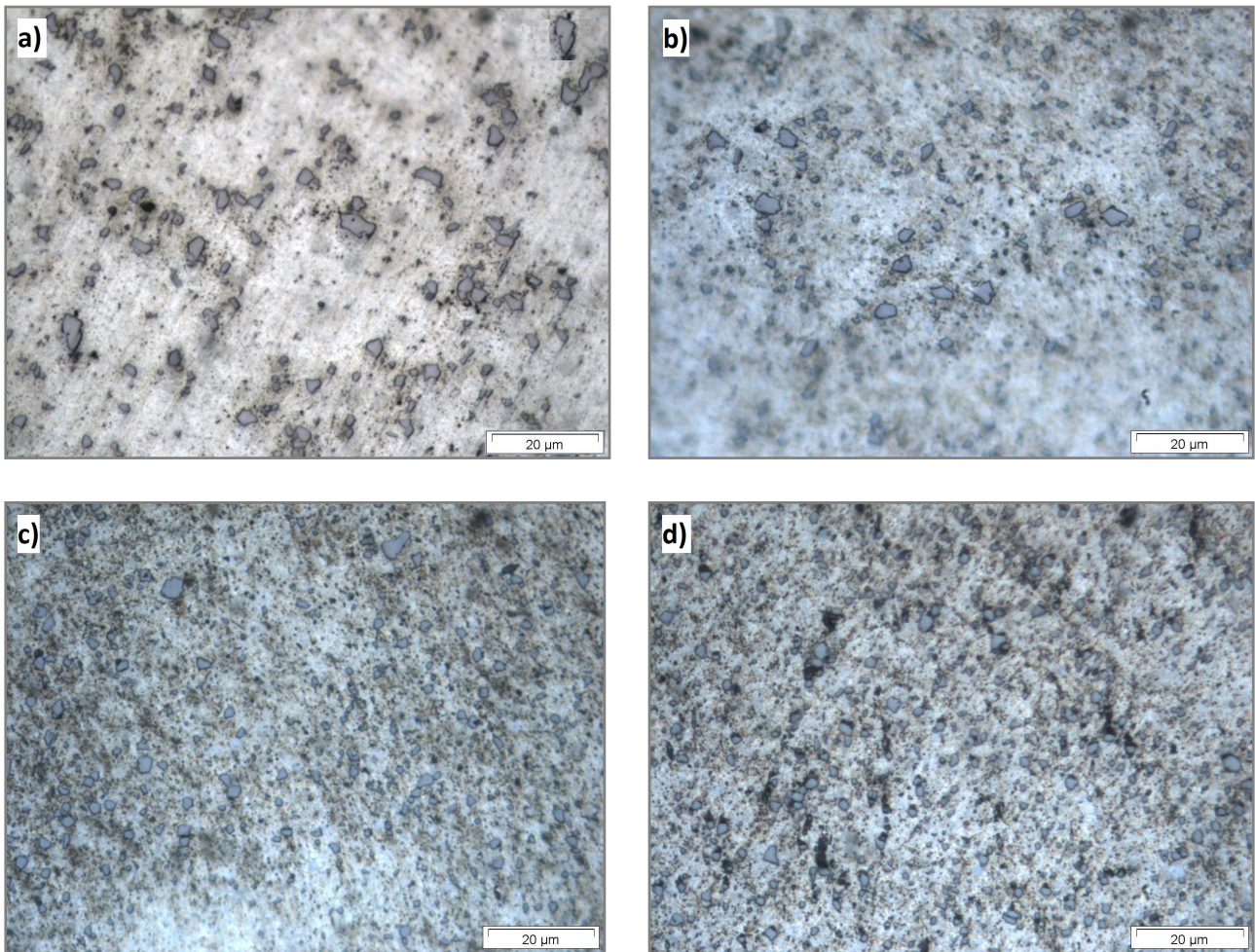


Figura 40: Secuencia de imágenes 150 x de la aleación base reforzada con carburos de Titano según sus horas de molienda: a) 0h, b) 5h, c) 7h, d) 10h

b) SEM:

A través del SEM se puede observar cómo las partículas de refuerzo, en la figura 41 de color gris oscuro, tienen un tamaño mayor con respecto a los precipitados que forman la aleación base, también se muestra el análisis de la composición

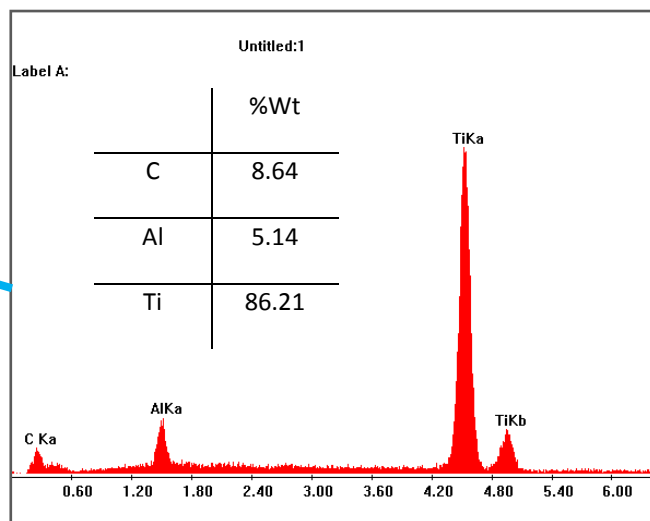
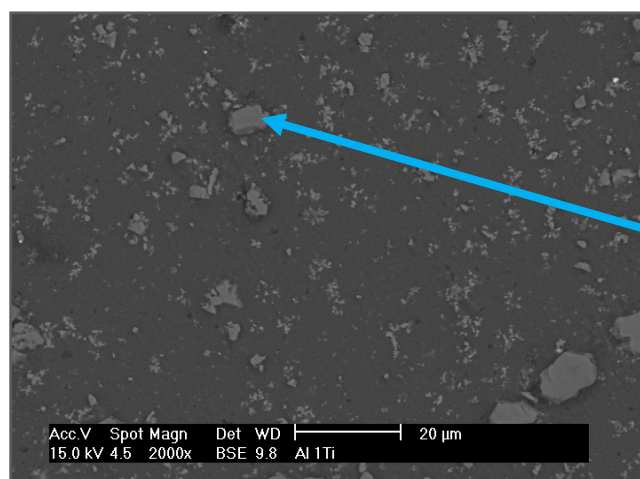


Figura 41: Aleación base reforzada con TiC a 2000x mediante el SEM y la composición de las partículas de refuerzo.

En la secuencia de imágenes de la figura 42 en función de las horas de molienda se aprecian grandes diferencias. Tanto la homogeneidad de la mezcla como el tamaño de los refuerzos se mantienen prácticamente en todas las etapas o materiales.

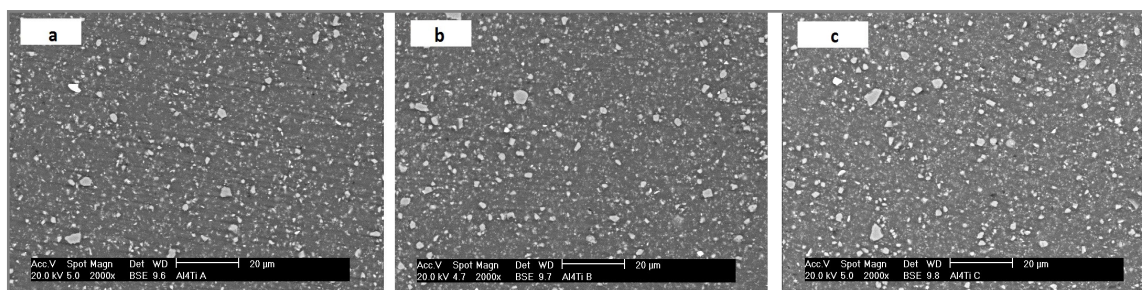


Figura 42: Secuencia de imágenes de la aleación base reforzada con TiC según sus horas de molienda: a) 5h, b) 7h,

c) 10h

d) DIAGRAMA DE FASES Y STA:

El aluminio reforzado con carburo de titanio resulta ser el material más estable térmicamente de los materiales mezclados con molino de alta energía. Se observa claramente una relajación de tensiones producida por el aumento de la temperatura a 570°C, como en casos anteriores. En el caso de la molienda manual dicha relajación de tensiones no es tan notable como en el caso de molienda de alta energía, esto es debido a que la fuerza del mezclado manual no genera el mismo nivel de deformación y tensiones internas que la mezcla en attritor.

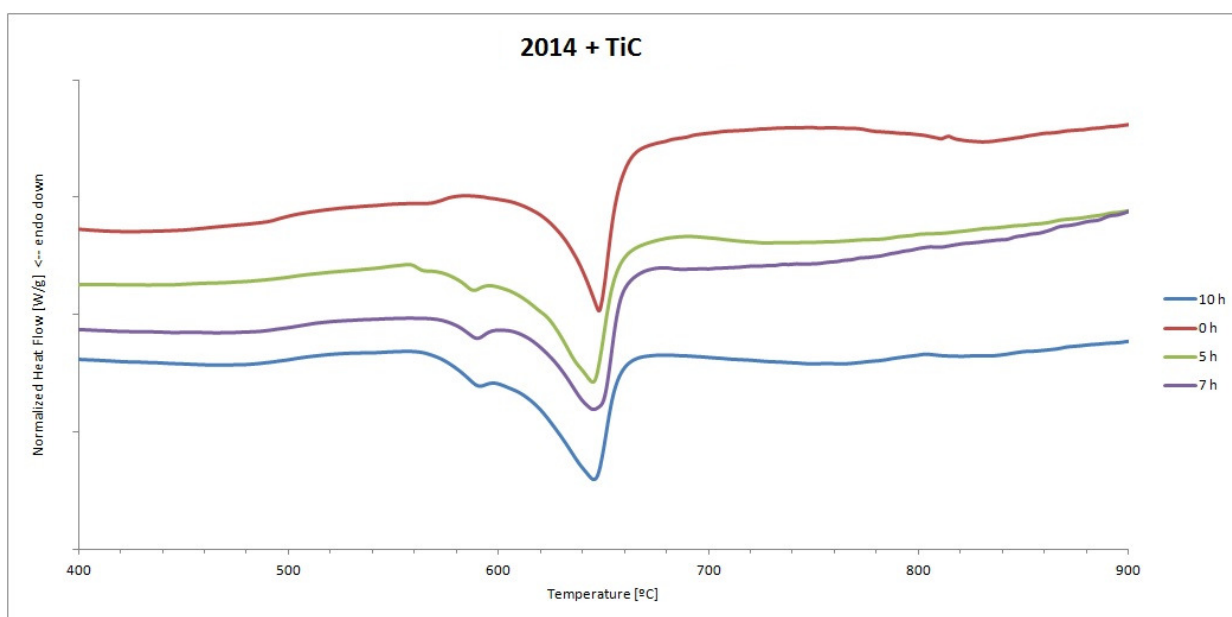


Figura 43: Flujo de energía de la muestra de la aleación base reforzada con TiC al someterla a un calentamiento hasta 900°C en función de las horas de molienda

Además de esta variación de energía aparece con la correspondiente a la fusión del aluminio, ya comentada en casos anteriores. No se encuentran ningún comportamiento adicional que salga del patrón normal del comportamiento de la aleación.

En el diagrama de fases de la figura 44 se observa la fusión del aluminio y una transición a partir de los 800°C que podría identificarse con los pequeños picos que aparecen en el diagrama del STA a partir de esta temperatura.

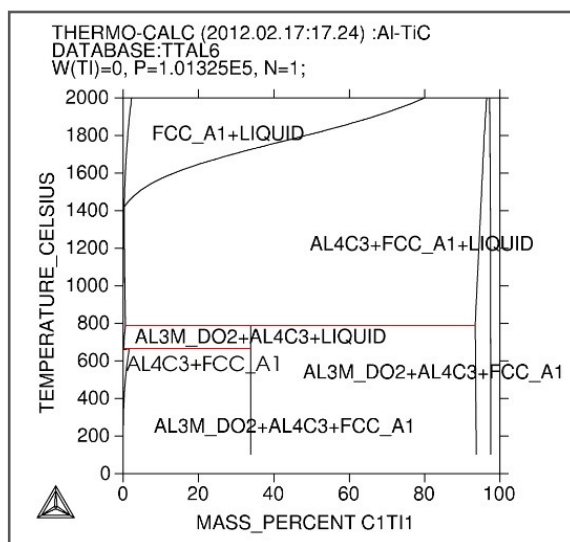


Figura 44:Diagrama de fases de la aleación reforzada con TiC

DUREZA:

El análisis de microdureza Vickers confirma las propiedades del material que han ido apareciendo al analizar los demás resultados. En particular la mayor dureza del material respecto a las demás muestras, con un valor de 209,33 para la muestra de 10 horas de molienda, siendo ésta la más alta de todas las estudiadas.

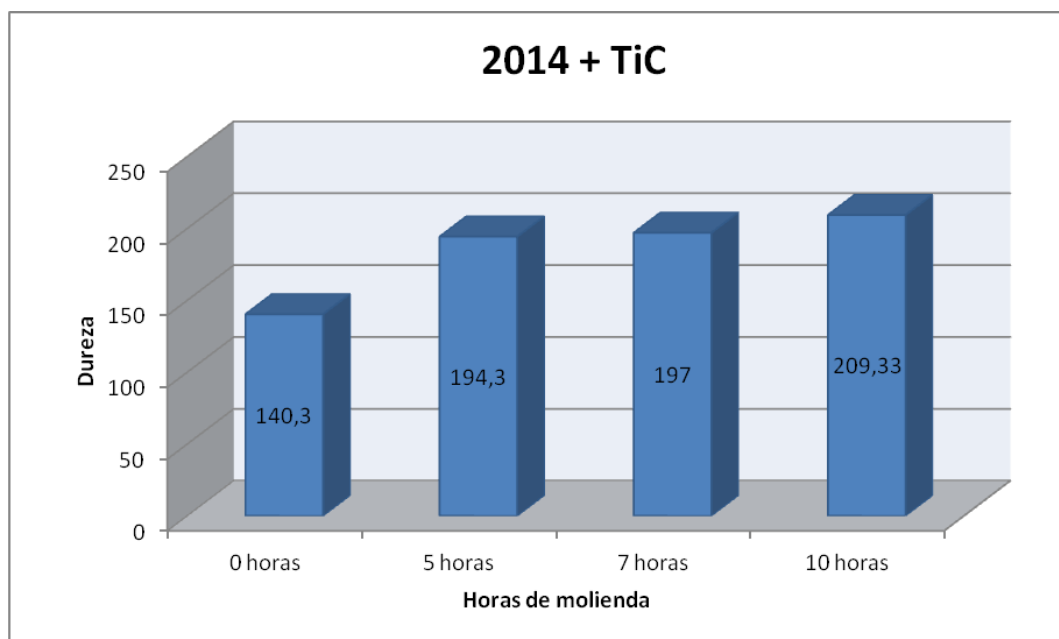
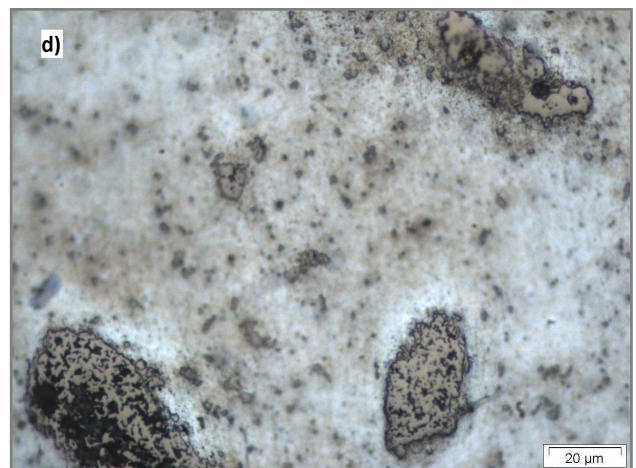
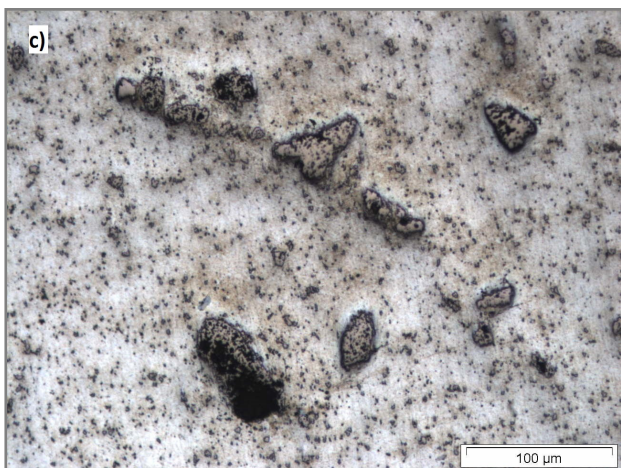
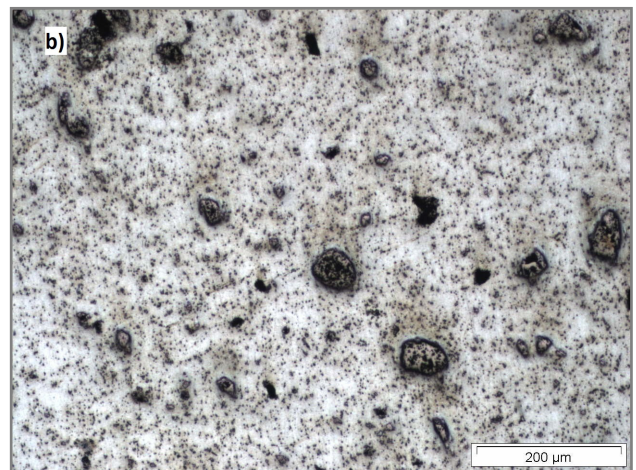
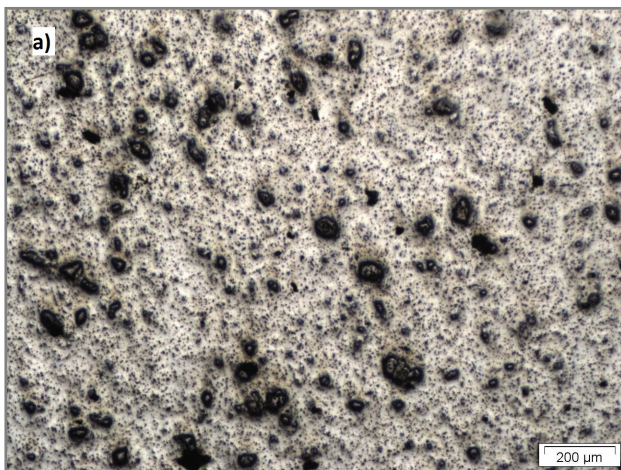


Figura 45: Dureza Vickers de la muestra de la aleación + TiC según las horas de molienda

4.6. 2014 + TaC:

a) MICROSCOPIA ÓPTICA:

Con los refuerzos de carburos de Tántalo y Molibdeno no se llevó a cabo la obtención en un solo paso del material compuesto partiendo de los polvos elementales de la matriz y del refuerzo mediante mezclado de alta energía. Por ello se va a analizar el material obtenido mediante mezclado manual. En la figura 46 se observa la microestructura del material a través del microscopio óptico a distintos aumentos.



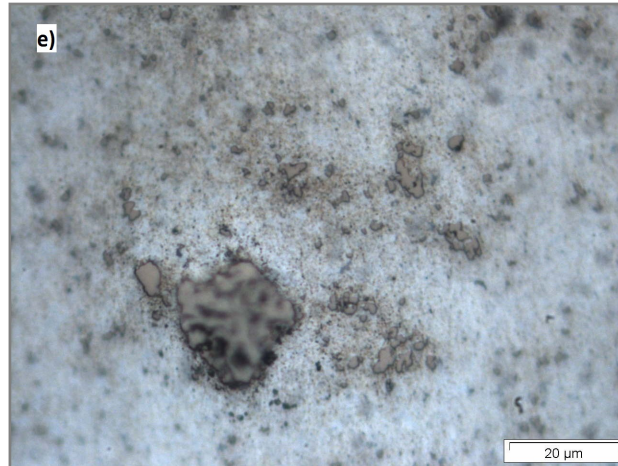


Figura 46: Secuencia de imágenes a distintos aumentos de la aleación base reforzada con TaC obtenida mediante el mezclado manual, a través del microscopio óptico: a) 10x; b) 20x; c) 40x; d) 100x; e) 150x.

En esta secuencia de imágenes se puede ver claramente como la homogeneización de la mezcla no se consigue por completo, creándose zonas heterogéneas debido a la reagrupación de varios carburos mientras que en otras zonas no existen casi refuerzos por lo que su ductilidad en dichas áreas será mayor, dando lugar a un posible efecto de concentración de tensiones. Llama la atención la forma muy uniforme de los carburos, prácticamente todos son circulares o semi-equiaxiales pero ninguno tiene forma alargada de aguja como se daba en el caso del carburo de Vanadio, por ejemplo.

b) SEM:

El SEM muestra como esta homogeneidad no se cumple, dando lugar a zonas blancas de un tamaño importante donde predomina el refuerzo del carburo de Tántalo mientras que en las zonas grises claras el material predominante es el cobre y en gris oscuro la aleación base. Probablemente la forma del refuerzo de TaC como de los precipitados de Cu de la aleación base, se deba a que la mezcla de polvos elementales ha sido manualmente.

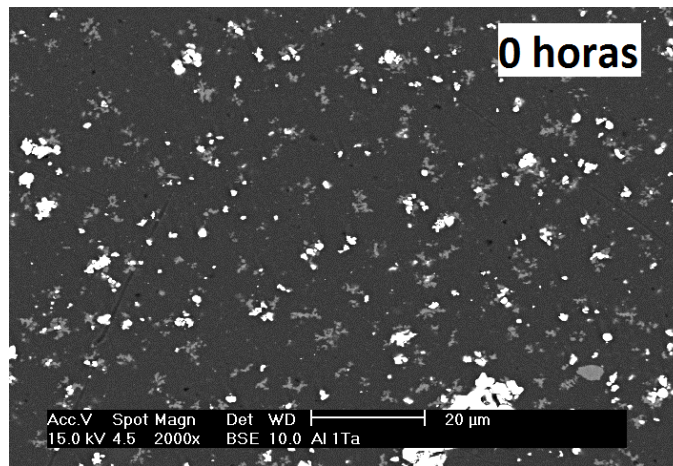


Figura 47: Aleación base reforzada con TaC a 2000x mediante el SEM

El análisis semicuantitativo por EDX ha permitido detectar la presencia de Cr en el material en las partes más grisáceas de la muestra (Figura 48), lo cual llama la atención porque el cromo no forma parte de la composición del material. La explicación de la presencia de este material puede ser debido a que en la etapa de pulido, el plato de los paños abrasivos tuviera residuos de cromo debido a un pulido previo de algún compuesto con cromo. Esta teoría toma fuerza debido a la poca cantidad de cromo detectada, lo que hace pensar que no formaba parte del polvo inicial. También podría deberse al cromo del acero inoxidable del molino attritor. Aunque el hecho de que no se haya observado en los otros materiales, que están sometidos a una molienda mucho más abrasiva, hace descartar esta hipótesis.

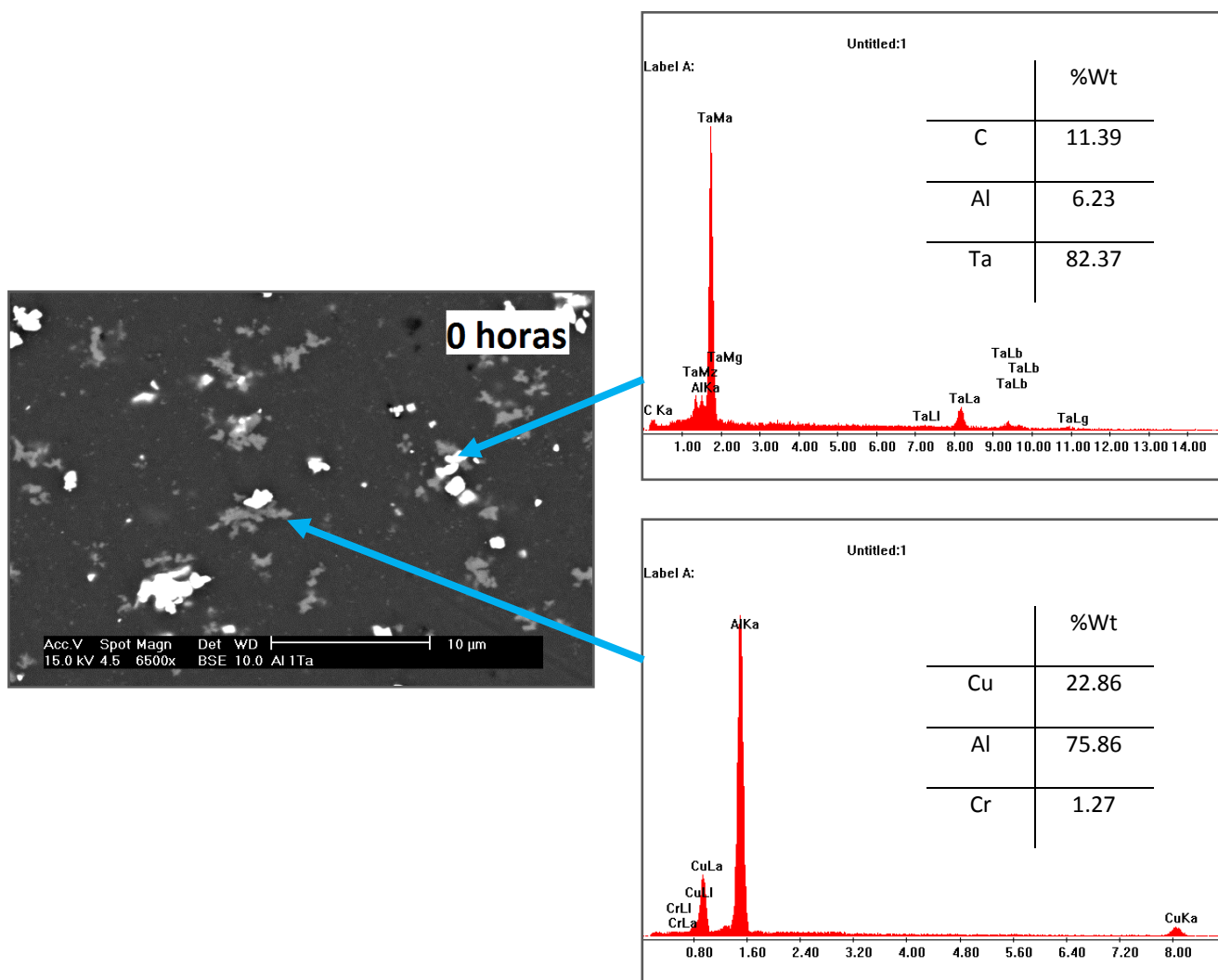


Figura 48: Aleación base reforzada con carburo de Tántalo a 6500x mediante el SEM y la composición de las diversas partículas contituyentes

c) DIAGRAMA DE FASES Y STA:

Observando los resultados del experimento del STA de la figura 49 se han detectado 3 puntos de interés a estudiar. El primero se da en el caso de la aleación reforzada con carburo de Molibdeno, el cual se abordará en el siguiente apartado específico. El segundo punto de interés se da a 825°C donde parece que se reproduce una reacción endotérmica en todas las muestras del estudio, excepto en el caso de la aleación reforzada con carburo de Niobio que parece la más estable ya que no sufre ninguna variación a parte de la fusión de la propia aleación. Esta situación solamente aparece en los casos del mezclado manual, por lo que debe asociarse a la fase 1

únicamente y desconocemos el porqué de esta cesión de energía a la atmósfera, aunque probablemente sea un comportamiento intrínseco de la matriz de aluminio 2014 ó a la fusión de algún precipitado intermetálico en Cu.

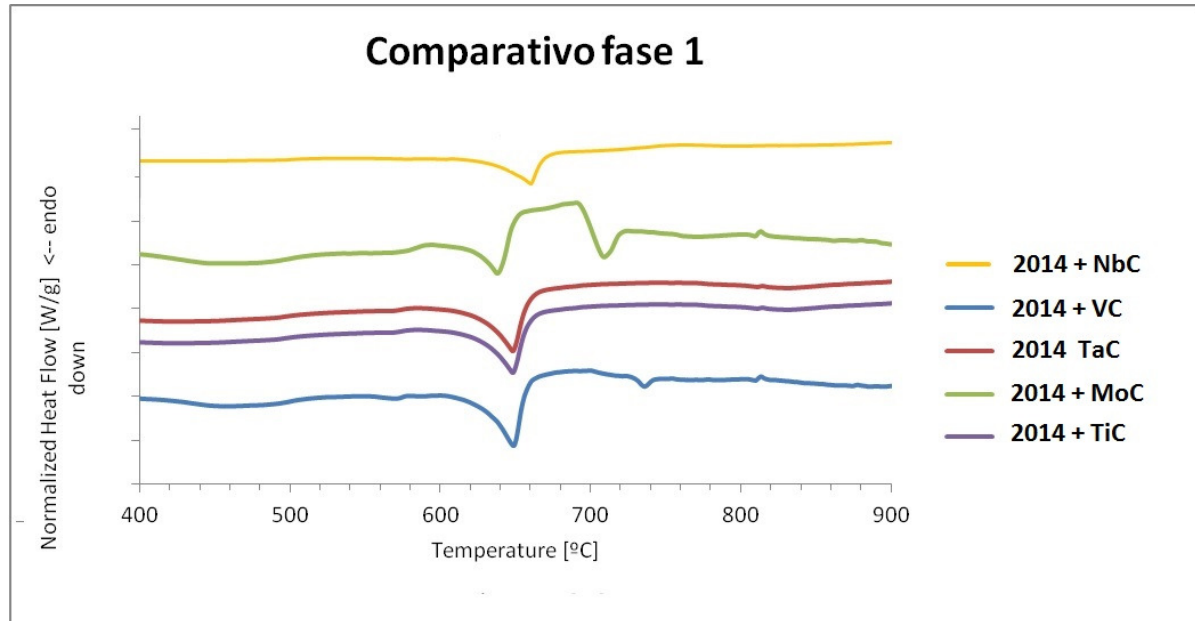


Figura 49: Comparativo del flujo de energía de la muestras estudiadas, obtenidas mediante mezclado manual con los distintos refuerzos

Debido a que el comportamiento del aluminio reforzado con carburo de Tántalo no arroja ningún comportamiento distinto al resto, en este apartado vamos a prescindir del diagrama de fases ya que no será relevante. Sí es importante la evolución de las temperaturas de fusión de la matriz en función del refuerzo y para ello vamos a representar dichas temperaturas en la figura 50.

Se observa claramente como la aleación reforzada con carburo de Molibdeno es el material de menor punto de fusión, mientras que la reforzada con carburo de Niobio es el que posee el mayor valor con 650,41°C. Las temperaturas de fusión de las aleaciones reforzadas con carburos de Titanio y Vanadio están muy próximas como se puede observar en los picos del gráfico del STA.

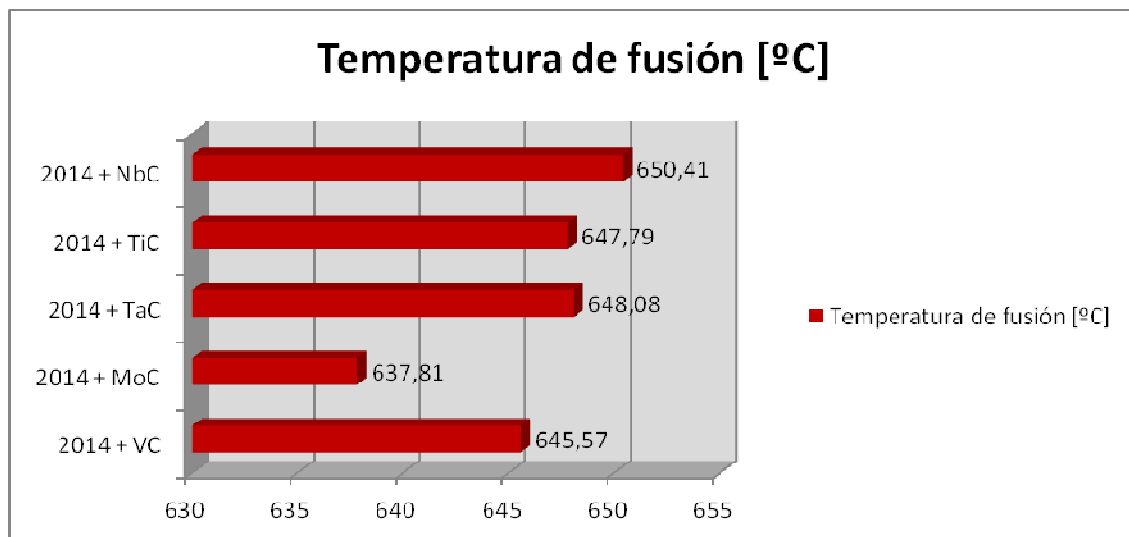


Figura 50: Comparativo de las temperaturas de fusión de la matriz de aluminio reforzada con los distintos carburos estudiados mezclados manualmente.

d) DUREZA:

En el estudio de dureza de los materiales de la fase 1, mezclados manualmente, se observa valores de dureza de cada uno, ya que como ya se ha indicado anteriormente, el mezclado manual es el proceso de obtención que menor dureza infiere al material. Si anteriormente llamaba la atención que el material reforzado con carburo de Molibdeno fuera el material con menor punto de fusión, ahora ésta es la que mayor dureza tiene, como se puede observar en la figura 51. Le siguen el material reforzado con carburos de Titanio, con Vanadio, con Tántalo y con Niobio. Como era de esperar, la base es la que menor dureza posee de todas las muestras, corroborándose la teoría de al añadir refuerzos metálicos a una matriz de aluminio aumenta su dureza considerablemente.

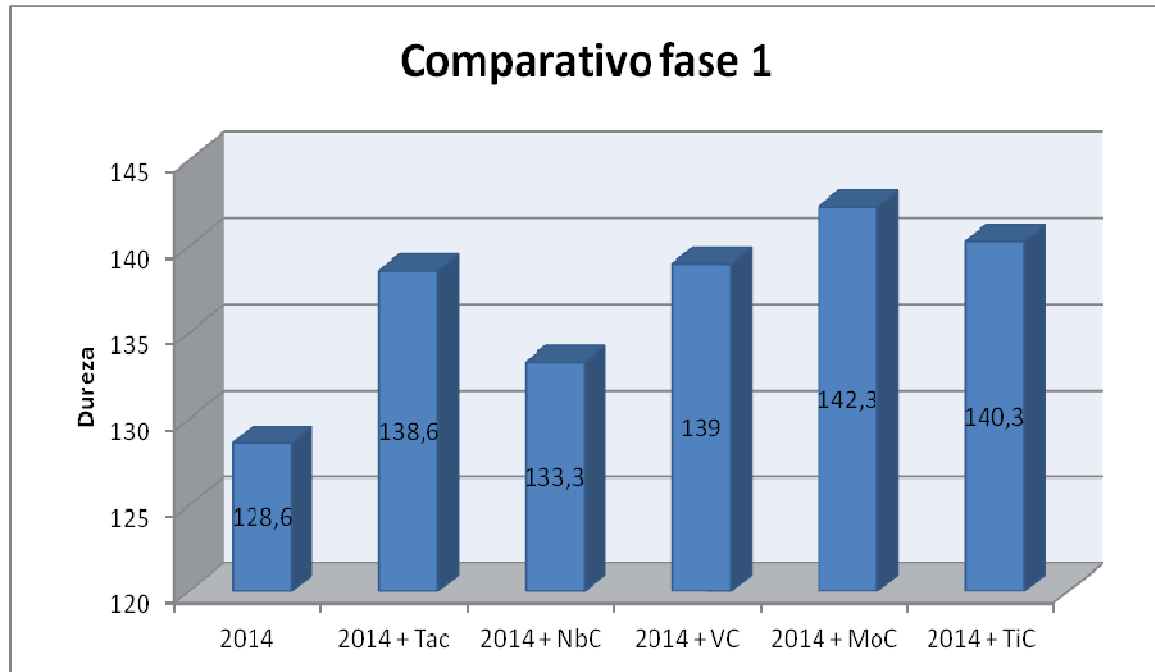
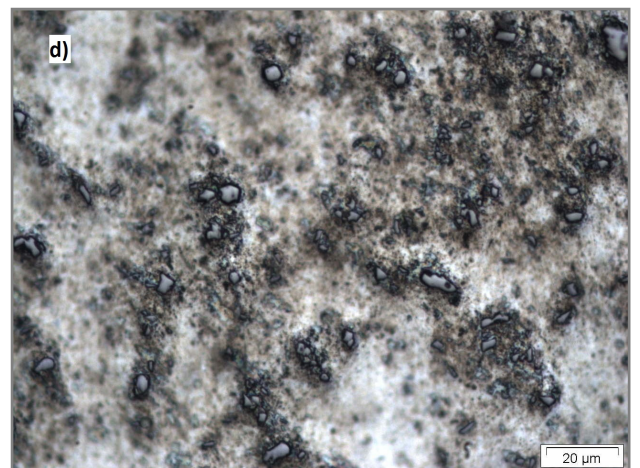
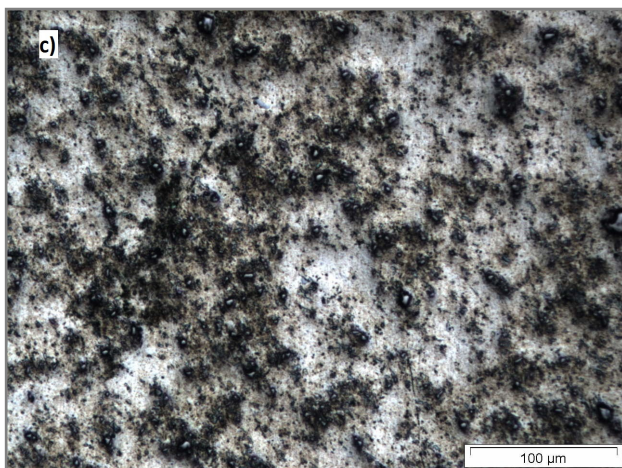
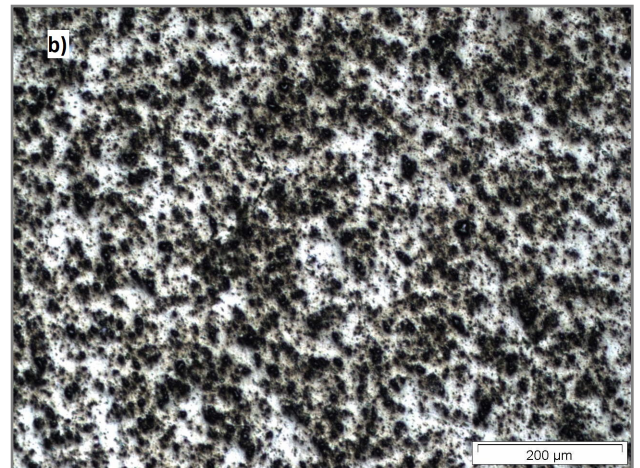
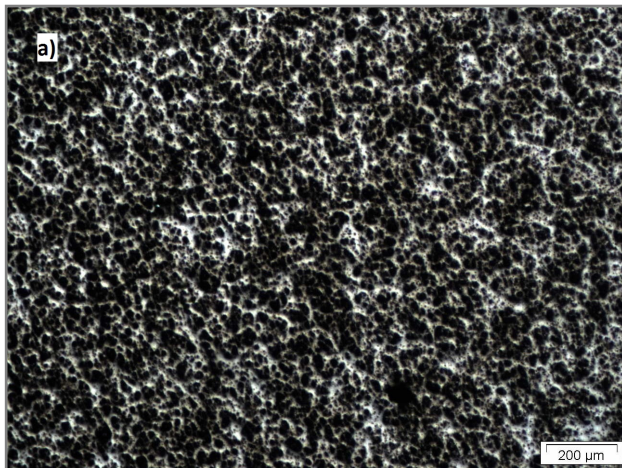


Figura 51: Dureza Vickers de las muestras estudiadas obtenidas mediante mezclado manual

4.7. 2014 + MoC

a) MICROSCOPIA ÓPTICA:

En la figura 52, en las muestras de menores aumentos, obtenidas a través del microscopio óptico se puede observar como existe una elevada porosidad en el material, lo que se identifica con los pequeños cráteres de las imágenes (10x y 20x). Se trata del segundo mayor tamaño de refuerzo, después del carburo de Vanadio el cual se ha visto que las partículas de la mezcla manual eran las más grandes. En este caso, el tamaño de las partículas ronda los 10 μm (muy alejado del tamaño del carburo de Vanadio) y poseen formas amorfas regulares o bien alargadas.



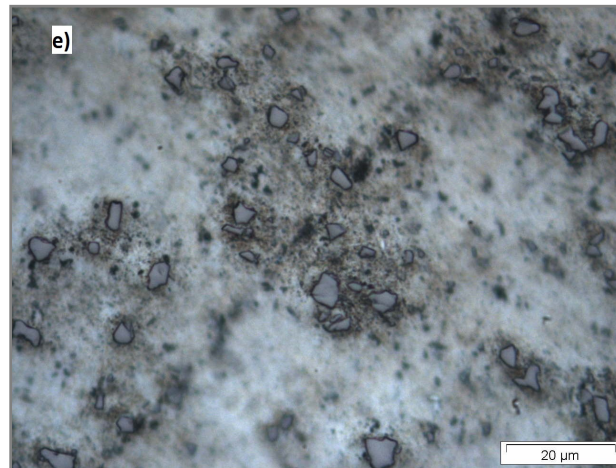


Figura 52: Secuencia de imágenes a distintos aumentos de la aleación base reforzada con MoC obtenida mediante el mezclado manual, a través del microscopio óptico: a) 10x; b) 20x; c) 40x; d) 100x; e) 150x.

Se observa muy bien la mala distribución de refuerzo que da lugar el mezclado de polvos manual. Como se ya se ha explicado anteriormente, las grandes desventajas de este método es la poca homogeneización que se consigue en la relación matriz-refuerzo y el gran tamaño de estos refuerzos, ya que al no existir ningún aporte de energía, las partículas se mantienen en su estado inicial y no se produce disminución del tamaño de partícula que daría al conjunto una mayor resistencia.

b) SEM:

La tecnología SEM confirma la tónica habitual que se ha comprobado en otros ensayos y materiales, las partículas más blancas son los refuerzos de carburo de Molibdeno, ya que son los que mejor reflejan los electrones y por ello este color más claro. Los colores grisáceos claros corresponden al cobre y aluminio que se han unido durante, probablemente, el proceso de extrusión en los que la deformación microestructural cobra un importante papel.

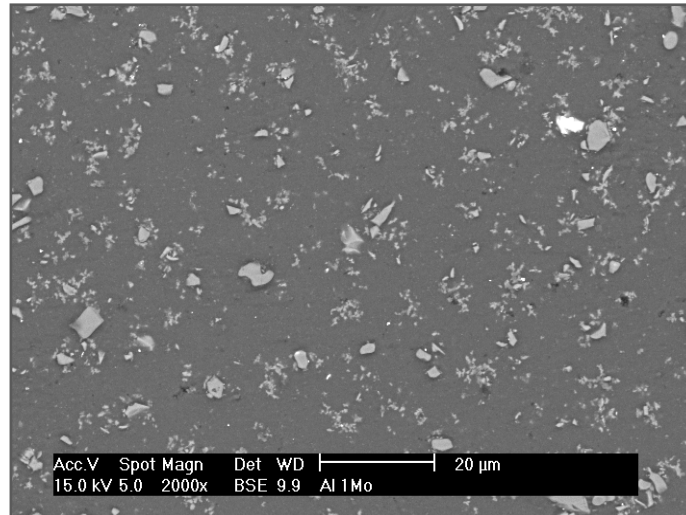


Figura 53: Aleación base reforzada con carburo de Molibdeno a 2000x mediante el SEM

Llama la atención la forma de las partículas del refuerzo de carburo de Molibdeno. Si en las anteriores muestras estudiadas se ha observado refuerzos uniformes, a pesar de ser de distintos tamaños, en este caso se observa una gran disparidad de formas y tamaños. Esta disparidad de formas debería traducirse en una elevada dureza, lo cual se comprueba en el apartado específico del estudio de la microdureza.

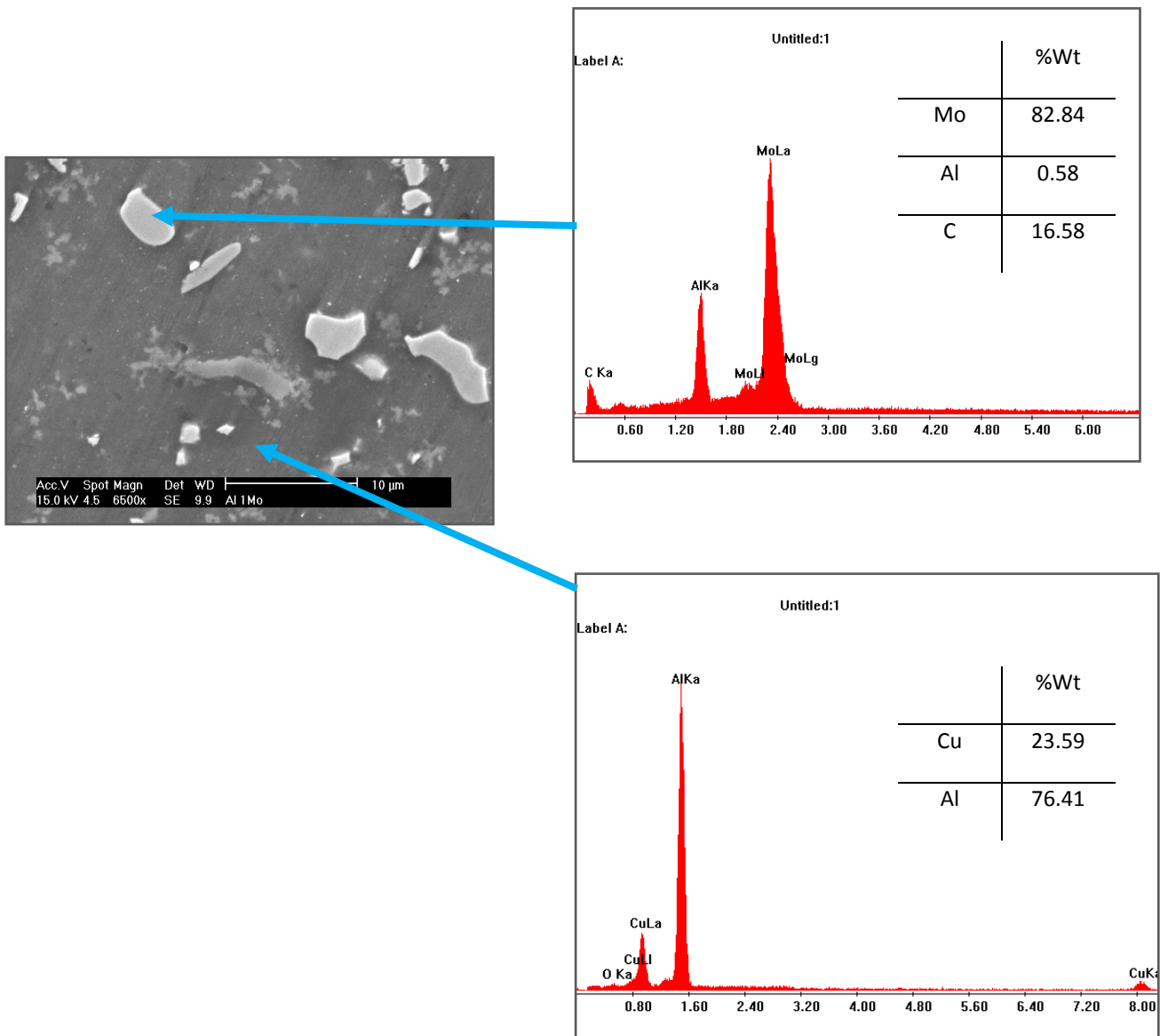


Figura 54: Aleación base reforzada con carburo de Molibdeno a 6500x mediante el SEM y la composición de las diversas partículas constituyentes

c) DIAGRAMA DE FASES Y STA:

El comportamiento estudiado en el experimento del STA, en el caso de la muestra que nos ocupa, la aleación 2014 reforzada con carburo de Molibdeno, es el más inestable, provocando unas variaciones de energía importantes entre los 650°C y los 800°C, como se puede observar en la figura 55. Esto es debido a algún cambio de fase o de estado que sufre la matriz en conjunto de este refuerzo específico ya que no se reproduce en los demás casos como se puede observar.

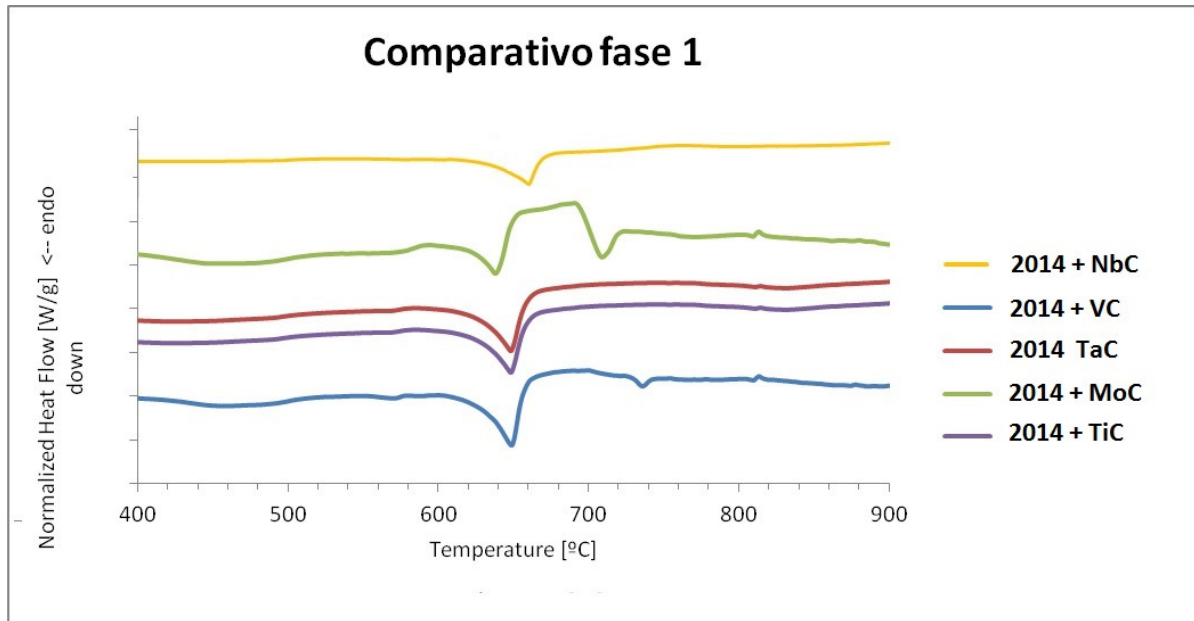


Figura 55: Comparativo del flujo de energía de las muestras estudiadas obtenidas mediante mezclado manual con los distintos refuerzos

Para entender mejor qué es lo que pasa en ese rango de temperaturas hacemos uso del, ya utilizado, diagrama de fases. En este caso, en la figura 56, se puede observar claramente como, para el porcentaje de carburo de molibdeno estudiado (5%) existe una transición a 660°C donde se produce la fusión del aluminio, otra transición a 700°C donde aparece un intermetálico, al igual que a los 750°C, puede deberse a diversos estados de oxidación. Esto explicaría las variaciones de la curva obtenidas mediante el STA, aunque por lo resultados mostrados existe una disparidad en las temperaturas a las que suceden estos fenómenos.

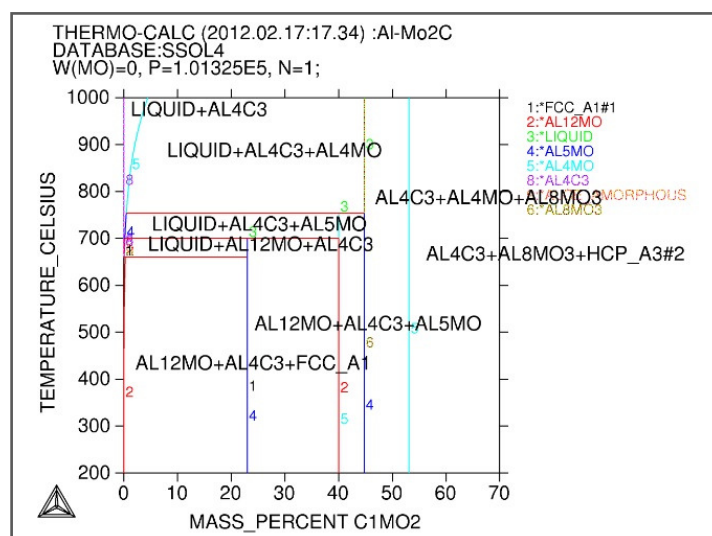


Figura 56: Diagrama de fases de la aleación reforzada con carburo de Titanio

Llama la atención que la temperatura de fusión de la aleación reforzada con carburo de Molibdeno que indica el diagrama de fases no se corresponde del todo con las mediciones realizadas. Como se puede ver en la figura 57 la temperatura de fusión obtenida ha sido de 637,81°C, mientras que en el diagrama esta transición se da a los 660°C. Esto último tiene una simple explicación, como se indica en la definición de un material compuesto, que aparece al principio de este estudio, las propiedades finales del material compuesto deben ser mejores y diferentes de sus dos constituyentes por separado. Es por ello por lo que la mezcla puede dar lugar a un descenso en la temperatura de fusión.

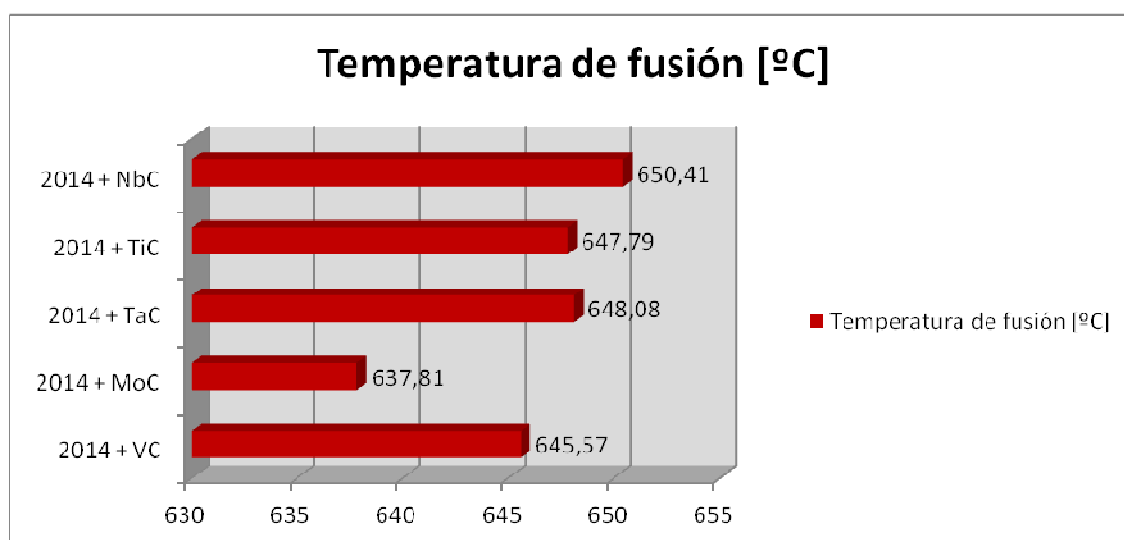


Figura 57: Comparativo de las temperaturas de fusión de la matriz de aluminio reforzada con los distintos carburos estudiados mezclados manualmente.

e) DUREZA:

La dureza que se puede esperar de este material es elevada ya que, como se ha explicado anteriormente en la parte de la microscopía óptica, la tipología de refuerzos que posee la mezcla es muy variada lo que le confiere, en teoría, una elevada rigidez frente a las demás muestras estudiadas. Esto se puede comprobarlo con los resultados obtenidos con el análisis Vickers ya representado en el anterior apartado y que se muestra de nuevo a continuación.

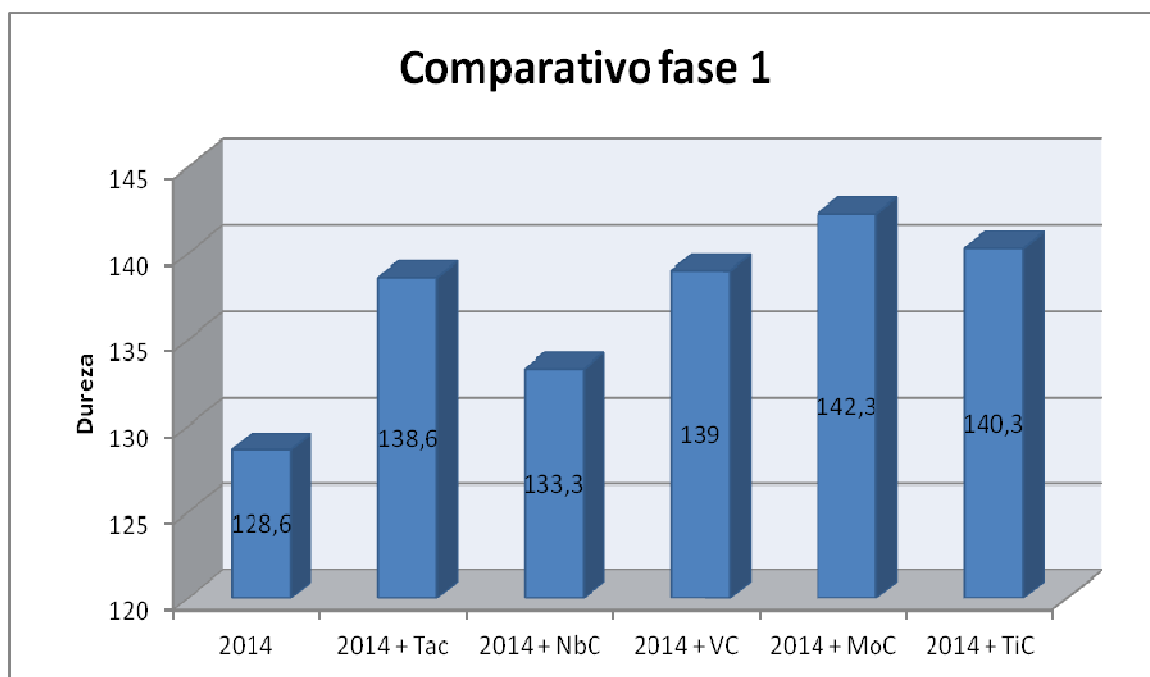


Figura 58: Dureza Vickers de las muestras estudiadas obtenidas mediante mezclado manual

5. CONCLUSIONES

Tras la elaboración de los informes de cada material, se podrían remarcar los siguientes aspectos:

1. Sobre la aleación base se puede concluir que la homogeneidad de la mezcla es muy alta. Debido a la extrusión, se han creado unas dislocaciones que desaparecen parcial o totalmente al calentar la probeta.
2. Aparición en algunas muestras de una elevada porosidad. Esta porosidad no es intrínseca al material ya que se han obtenido mediante compactación de polvos y extrusión, lo que permite obtener materiales con densidad total y por tanto libres de porosidad. Por lo tanto esta porosidad que se observa en las imágenes del microscopio óptico se debe al arranque de partículas de la superficie de la muestra durante el proceso de desbaste y pulido.
3. El comportamiento de la aleación 2014 reforzada con carburo de Niobio varía en función de las horas de molienda llevada a cabo durante el proceso de aleación mecánica. Así pues, hasta 7 horas de molienda sería el límite para mejorar sus propiedades de dureza y resistencia. Esto puede deberse a que cuanto más se deforma el material, menor temperatura necesita para relajar las tensiones y ablandarse, y al calentarse al igual que las demás muestras durante el proceso de extrusión, en este caso, ablanda más el material. Como se ha observado en el análisis microestructural y en el análisis realizado de microdureza, existe una homogenización del material al mezclar los polvos en molienda de alta energía respecto a la molienda manual. Además observamos que en la etapa de mezclado manual es el material que mayor temperatura de fusión obtiene, por lo que le hace ser un material muy interesante para aplicaciones que requieran elevadas temperaturas.
4. En el material compuesto con carburo de Vanadio se observa que durante el proceso de molienda de alta energía, los refuerzos disminuyen su

tamaño y se homogeneiza su forma, consiguiendo un comportamiento más homogéneo y permitiendo aumentar su dureza con las horas de molienda.

5. Durante el proceso de extrusión y más aún durante el proceso de aleación mecánica se produce una concentración de tensiones de las probetas. Esta concentración, como se ha podido comprobar con el análisis de los resultados de todos los experimentos, desaparece a los 570°C si se calienta el material por encima de esta temperatura. De esta manera se obtienen propiedades más homogéneas y una mayor ductilidad.
6. La aleación reforzada con carburo de Titanio es la de mayor dureza de todas las estudiadas.
7. El refuerzo de carburo de Tántalo a la aleación base le proporciona una regularidad en el tamaño y forma de los refuerzos que hacen que posea un comportamiento homogéneo en todas sus direcciones.
8. La adición de pequeñas cantidades de carburo de Molibdeno a la aleación 2014 repercute en un elevado aumento de su dureza, siendo un material interesante por los bajos costes de obtención que pueden obtenerse para su producción. Se puede incrementar dicha dureza un 10% aproximadamente al añadir este tipo de refuerzo en una cantidad del 5%, como se ha demostrado con los resultados. Cabe pensar que si la cantidad del refuerzo fuera mayor, la dureza aumentaría, pudiendo hacer este material compuesto aún más interesante para diversas aplicaciones. Los resultados obtenidos al calentar la muestra a altas temperaturas han revelado un comportamiento inestable, debido a estados de oxidación o la aparición de intermetálicos que funden a partir de los 700°C por lo que no es un material indicado para trabajar a altas temperaturas. En ese caso sería más interesante la aleación reforzada con carburo de Titanio que no posee la misma dureza pero sí un comportamiento más estable a altas temperaturas.

9. Presencia de cromo en algunas muestras posiblemente debido al acero inoxidable del molino attritor que se haya desprendido.
10. Por regla general a moliendas más largas corresponden mayores durezas ya que el refuerzo se distribuye mejor en la matriz y la molienda incrementa la dureza del polvo por deformación en frío.
11. La adición de carburo de Molibdeno a la aleación le confiere un gran aumento de dureza. Bajo coste (fase 1).
12. La aleación mecánica da lugar a un incremento de dislocaciones y concentración de tensiones por deformación en frío que pueden desaparecer parcialmente al calentar la probeta durante la extrusión en caliente. Así mismo los elevados ratios de extrusión pueden introducir nuevas tensiones que se eliminan durante el calentamiento posterior y que han sido identificados en la caracterización térmica.

6. BIBLIOGRAFÍA

- (1) El origen de las especies, Edaf Madrid capítulos III-IV.
- (2) Bhadury A. et al: "Microstructural Changes in A Mechanically Alloyed Al-6.2Zn-2.5Mg-1.7Cu Alloy (7010) With and Without Particulate SiC Reinforcement" Metallurgical And Materials Transactions A, vol.27 pp.3718-3726,1966
- (3) Materiales metálicos V. Galvañ, M. Sorriano, C. Eslon Universidad Politécnica de Valencia 2005
- (4) Metal Tecnología y Proceso John L. Ferrer PARANINFO 2000
- (5) Tecnología de los metales H.Appold, K. Feiler, A. Reinhard, P. Schmidt REVERTÉ 1985
- (6) Metalurgia y materiales industriales John E. Neely LIMUSA 2000
- (7) 2. S.V. Prasad y P.K. Rohatgi, Journal of Metals, pp. 22-26 (1987).
- (8) 3. J. Eliasson y R. Dandström. 4th International Conference on Aluminium
- (9) Alloys, pp. 535-542 (1994).
- (10) S adhan a Vol. 28, Parts 1 & 2, February/April 2003, pp. 319–334.
- (11) J.B. Fogagnolo, E.M. Ruiz-Navas, M.H. Robert, J.M. Torralba, Scripta Materialia,47(4), 243-248 (2002).
- (12) E.M. Ruiz-Navas, F. Velasco, C.E. da Costa, J.B. Fogagnolo, J.M. Torralba, Proceedings del VI Congreso Nacional de Mecânica Aplicada e Computacional, 1, 423-430 (1999).
- (13) J.B. Fogagnolo, E.M. Ruiz-Navas, M.H. Robert, F. Velasco, J.M. Torralba, Proceedings of Second Internacional Conference on Powder Metallurgy Science, 1, 21-27 (2000).
- (14) M K SURAPPA Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities Department of Metallurgy, Indian Institute of Science, Bangalore 560 012, India.
- (15) Tema 7: Materiales compuestos, Ciencia de materials, 4º curso 2004/2005 Universidad de Málaga key Word: "Materiales compuestos whiskers".
- (16) A.A. Das, M.M. Yacoub, Z. Zantout and A., Cast Met., 1, 69-78, 1988.
- (17) B. Maruyama and W.H. Hunt. Discontinuously Reinforced Aluminum - Current Status and Future-Direction. JOM, 51, 11, 59-61, 1999.
- (18) Bhadury A. et al: "Microstructural Changes in A Mechanically Alloyed Al-6.2Zn-2.5Mg-1.7Cu Alloy (7010) With and Without Particulate SiC Reinforcement" Metallurgical And Materials Transactions A, vol.27 pp.3718-3726,1966
- (19) Bhaduri A. et al:" Processing and Properties of siC Particulate Reinforced Al-6.2Zn-2.5Mg-1.7Cu Alloy (7010) Matrix Composites Prepared by Mechanical Alloying". Materials Science and engineering vol.221 nº2 pp 94-101.
- (20) Zoz H. et al: "Mechanical Alloying of Ti-24Al-11Nb (at%) Using the Simoloyer" Metall vol.50 nº9 pp.575-579 1996

- (21) Kaneko et al: "Internal Oxidation In Mechanical Alloyed Al-Mg and Al-Li –alloys With Addition of Metal Oxide". Materials science Forum vol.217-222, pp.919-924,1996.
- (22) Lewandowsky J.J. et al:" Observations on the Effects of Particulate Size and Superposed Pressure on Deformation of Metal Matrix Composites". Scripta Metallurgica et Materialia, vol.25, nº15 pp. 21-26, 1991.
- (23) Srivatsan T.S. et al: "Processing techniques for particulate-reinforced metal aluminum matrix composites". Journal of Materials Science, pp. 5965-5978, vol.26,1991.
- (24) Tong X.C. and Fang H.S.: "Al-TiC Composites In Situ-Processed by ingot Metallurgy and Rapid Solidification Technology: Part I. Microstructural Evolution". Metallurgical and Materials Transactions A, vol 29, pp 875-890,1998.
- (25) Lu L. Et al: "Microstructure and mechanical properties of Al-4.5 wt-%Cu/15 wt-%SiC Composite Prepared Using ball Mill". Materials Science and Technology, vol 13,nº3,pp.192-202,1997
- (26) Gardier R.W. et al: "Non-Equilibrium Synthesis of New Materials". Advanced Performance Materials, vol.3,nº3/4,pp.343-364,1996.
- (27) Ingenieria y tecnología. 4ªEd – Prentice Hall Kalpakjian, Schmid Capitulo 4 / Aleacion de metals: su estructura y endurecimiento mediante el tratamiento térmico. pp 120-135.
- (28) "Standad Practice for: Heat treatment of Aluminum alloys" ASM,B 597-86, 1986.
- (29) O'Donnell and Looney L.: "Effects of Pre-Compaction Annealing of Mechanical Properties of SiCp/Al Composites". Key Engineering Materials, vol.127-131,pp 479-486,1997.
- (30) O'Donnell G.: "The effect of Alloy type and Processing Parameters on PM Aluminum matrix Composites". IMC-14th Conference of the Irish
- (31) Estrada J.L. and Duszczuk J.: "Dinamic Pre-Heating of P/M Al-Si-1x Alloy Prior to Hot Forming Sintering´87,vol.1 pp.581-586,1987.
- (32) Julián Rodríguez Montes, Lucas Castro Martinez, Juan Carlos del Real Romero: "Procesos Industriales para Materiales Metálicos" 2ª Ed. Vision Net, Cap. 6 pp.213-217.
- (33) Facultad de Ciencias y Tecnologías UMSS Ingenieria Mecánica: " Tecnología Mecánica II" Capitulo III,pp.181-183 key Word: "Ventajas extrusión directa".
- (34) Bhaduri A. et al: "Processing and Properties of SiC Particulate Reinforcedn Al-6.2 Zn-2.5 Mg-1.7 Cu alloy (7010) Matrix Composites Prepared by Mechanical Alloying". Materials Science and Engineering, vol.221,nº2 pp.94-101.
- (35) Valdés J.C. et al: "Mechanical Characterisation of Al-NbC Composites Produced by Powder metallurgy Route". P.M World Congress and Exhibition, vol 5,pp. 180-185, Granada,1998.

- (36) Salvador M.D. et al: "Investigation on the interface Formation Between Intermetallic Particles and Alluminum Matrix".P.M. World Congress and Exhibition,vol 5,pp.168-173, Granada, 1998.
- (37) M. B. H. Examen Metalográfico, Conceptos fundamentales de la reparación. Facultad de Ingenieria de Buenos Aires, 2003.
- (38) Gil Mur, F. Metalografía, Ediciones UPC(2005) 19-27.
- (39) Microscopía electrónica, UNED
(<http://www.uned.es/cristamine/mineral/metodos/sem.htm>)
- (40) Perkin Elmer Documentation, TGA users
guide(http://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/44-74556GDE_TGABeginnersGuide.pdf)
- (41) Michael E. Brown, Introduction to Thermal Analysis: Techniques and Applications, 2ª Ed. (2001)